

VŠB – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra mechanické technologie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

VŠB – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra mechanické technologie

**Studium sklovitých smaltových povlaků v kontaktu
s biologickým prostředím**

Study of Vitreous Enamel Coatings in Contact
with Biological Environment

Student:

Lukáš Hetmánek

Vedoucí bakalářské práce:

doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.

Ostrava 2012

VŠB - Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra mechanické technologie

Zadání bakalářské práce

Student: **Lukáš Hetmánek**
Studijní program: B2341 Strojírenství
Studijní obor: 2303R002 Strojírenská technologie
Téma: Studium sklovitých smaltových povlaků v kontaktu s biologickým prostředím
Study of Vitreous Enamel Coatings in Contact with Biological Environment

Zásady pro vypracování:

1. Prostudujte vlastnosti a výrobu sklokeramických povlaků.
2. Prostudujte možnost použití sklokeramických povlaků v kontaktu s biologickým prostředím.
3. Navrhněte metodiku experimentálních prací.
4. Zpracujte technickou zprávu.

Seznam doporučené odborné literatury:

MOHYLA, M.: *Technologie povrchových úprav kovů*. Učební texty VŠB – TU Ostrava, 2006. 3. vydání. 156 s. ISBN 80-248-1217-7.
PODJUKLOVÁ, J.: *Speciální technologie povrchových úprav I*. Učební texty VŠB – TU Ostrava, 1994. 1. vydání. 71 s. ISBN 80-7078-235-8.
BOUŠE, V. a kol: *Smalty a jejich použití v protikorozi ochraně*. SNTL, Praha, 1986. 216 s.


Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí bakalářské práce: **doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.**

Datum zadání: 16.12.2011

Datum odevzdání: 21.05.2012




prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.
vedoucí katedry


prof. Ing. Radim Farana, CSc.
děkan fakulty

Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 21.5.2012


.....


podpis studenta

Prohlašuji, že

- jsem byl seznámen s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 – školní dílo.
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen „VŠB-TUO“ má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§ 35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že bakalářská práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB-TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její třetí strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- beru na vědomí, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě21.5.2012.....

..........

podpis studenta

Jméno a příjmení autora práce: Lukáš Hetmánek

Adresa trvalého pobytu autora práce: Denisova 2, 787 01 Šumperk

ANOTACE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

HETMÁNEK, Lukáš. *Studium sklovitých smaltových povlaků v kontaktu s biologickým prostředím: bakalářská práce*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2012, 74 s. Vedoucí práce: Podjuklová, Jitka.

Bakalářská práce se zabývá studiem sklovitých smaltových povlaků v kontaktu s biologickým prostředím. Úvodní teoretická část je zaměřena na obecné uvedení do problematiky technologie smaltování. Hlavní důraz je kladen na popis vlastností, výrobní proces a praktické využití smaltů. V části experimentální je pak zkoumán vliv biologického prostředí, v tomto případě prasečí krve, na vlastnosti a funkčnost skelného povlaku. Tyto poznatky mohou být cenným přínosem zejména pro lékařské obory při návrhu a konstruování smaltovaných tělních implantátů. Dosažené výsledky jsou zpracovány formou tabulek a grafů se závěrečným zhodnocením.

ANNOTATION OF BACHELOR THESIS

HETMÁNEK, Lukáš. *Study of Vitreous Enamel Coatings in Contact with Biological Environment: Bachelor Thesis*. Ostrava: VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Mechanical Technology, 2012, 74 p. Thesis head: Podjuklová, Jitka.

Bachelor thesis deals with study of vitreous enamel coatings in contact with biological environment. The opening theoretical part aims at describing characteristics, production process and practical enamel usage. The experimental part explores influences of the biological environment (in this case it is pigs' blood) on the qualities and functionality of enamel coatings. The results of the research could be used in medicine for constructing body implants. The findings gained are processed in tables and graphs with a conclusion.

OBSAH

SEZNAM POUŽITÝCH ZNAČEK A SYMBOLŮ	9
1. ÚVOD	11
2. DEFINICE A ROZDĚLENÍ SKLOVITÝCH POVLAKŮ	12
2.1 Definice smaltů	12
2.2 Rozdělení smaltových povlaků	12
2.2.1 Základní smalty	13
2.2.2 Krycí smalty	13
2.2.3 Přímé smalty	13
2.2.4 Smalty na ocelový plech	13
2.2.5 Smalty na šedou litinu	14
2.2.6 Smalty na neželezné kovy	14
3. SLOŽKY SKLOVITÉHO SMALTOVÉHO POVLAKU	15
3.1 Sklo	15
3.2 Keramika	15
3.3 Jíl	16
3.4 Voda	16
3.5 Mlýnské přísady	16
4. KOROZE SMALTOVÝCH POVLAKŮ	17
4.1 Koroze v kyselém prostředí	17
4.2 Koroze v alkalickém prostředí	17
4.3 Koroze v prostředí vody a páry	17
5. FYZIKÁLNÍ VLASTNOSTI SMALTŮ	18
5.1 Celistvost a přídržnost smaltového povlaku	18
5.2 Mechanické vlastnosti smaltů	18
5.2.1 Hustota	18
5.2.2 Pevnost v tahu a tlaku	19
5.2.3 Pružnost	19
5.2.4 Tvrdost	19
5.2.5 Odolnost proti abrazi	19



5.3	Tepelné vlastnosti smaltů	20
5.4	Optické vlastnosti smaltů	21
5.5	Elektrické vlastnosti smaltů	21
6.	KOV PRO SMALTOVÁNÍ	22
6.1	Ocelový plech	22
6.2	Šedá litina	23
7.	PŘEDÚPRAVA POVRCHU KOVU	24
7.1	Chemická úprava	24
7.1.1	<i>Odmašťování</i>	24
7.1.2	<i>Moření</i>	25
7.1.3	<i>Niklování</i>	25
7.1.4	<i>Neutralizace</i>	25
7.2	Mechanická úprava	26
7.2.1	<i>Otryskávání</i>	26
8.	TECHNOLOGIE SMALTOVÁNÍ	27
8.1	Tavení a fritování	27
8.2	Příprava smaltéřské břečky a prášku	28
8.2.1	<i>Smaltéřská břečka</i>	28
8.2.2	<i>Smaltéřský prášek</i>	28
8.3	Nanášení smaltu	29
8.3.1	<i>Nanášení za mokra</i>	29
8.3.2	<i>Nanášení za sucha</i>	31
8.4	Sušení smaltového nánosu	31
8.5	Vypalování smaltu	32
8.5.1	<i>Vypalovací pece</i>	32
9.	VYUŽITÍ SMALTU V BIOLOGICKÉM PROSTŘEDÍ	33
9.1	Inertní biokeramika	33
9.2	Resorbovatelná biokeramika	33
9.3	Bioaktivní materiály	33
10.	METODIKA EXPERIMENTÁLNÍCH PRACÍ	34
11.	EXPERIMENTÁLNÍ PRÁCE	35

11.1	Příprava zkušebních vzorků	35
11.2	Odmaštění zkušebních vzorků	35
11.3	Smaltování zkušebních vzorků	36
11.3.1	<i>Použité druhy smaltových povlaků</i>	<i>36</i>
11.3.2	<i>Nanášení smaltového povlaku</i>	<i>37</i>
11.3.3	<i>Sušení smaltového povlaku</i>	<i>37</i>
11.3.4	<i>Vypalování smaltového povlaku</i>	<i>38</i>
11.4	Biologické prostředí – prasečí krev	39
11.5	Měření tloušťky smaltového povlaku	39
11.5.1	<i>Naměřené hodnoty tloušťky smaltových povlaků</i>	<i>40</i>
11.5.2	<i>Porovnání výsledků měření tloušťky smaltových povlaků</i>	<i>40</i>
11.6	Měření drsnosti smaltového povlaku	41
11.6.1	<i>Naměřené hodnoty drsnosti povrchu smaltů před aplikací do krve</i>	<i>42</i>
11.6.2	<i>Naměřené hodnoty drsnosti povrchu smaltů po aplikaci do krve</i>	<i>48</i>
11.6.3	<i>Porovnání výsledků měření drsnosti povrchu smaltových povlaků</i>	<i>54</i>
11.7	Měření mikrotvrdosti a lomové houževnatosti smaltového povlaku	55
11.7.1	<i>Naměřené hodnoty před aplikací do krve</i>	<i>57</i>
11.7.2	<i>Naměřené hodnoty po aplikaci do krve</i>	<i>63</i>
11.7.3	<i>Porovnání výsledků měření</i>	<i>69</i>
12.	ZÁVĚR	71
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	73

SEZNAM POUŽITÝCH ZNAČEK A SYMBOLŮ

Označení	Popis	Jednotka
Al	hliník	
Al ₂ O ₃	oxid hlinitý	
α	vrcholový úhel jehlanu	[°]
B ₂ O ₃	oxid boritý	
C	uhlík	
CaF ₂	fluorid vápenatý	
CaO	oxid vápenatý	
CoO	oxid kobalnatý	
c	délka Palmqvistovy (centrální) trhliny	[m]
Cr	chrom	
Cu	měď	
d	délka úhlopříčky vtisku	[m]
E	modul pružnosti v tahu	[Pa]
F	síla vtisku	[N]
HV _{0,1}	tvrdost dle Vickerse	[Pa]
K ₂ O	oxid draselný	
K _{IC}	lomová houževnatost	[Pa·m ^{1/2}]
Li ₂ O	oxid litný	
Mn	mangan	
MnO ₂	oxid manganičitý	
Mo	molybden	
Na ₂ O	oxid sodný	
Ni	nikl	
NiO	oxid nikelnatý	
P	fosfor	
PbO	oxid olovnatý	
pH	vodíkový exponent	[-]
Ra	střední aritmetická odchylka profilu	[m]
Rku	koefficient špičatosti profilu	[-]

RLo	rozvinutá délka profilu	[m]
Rp	výška největšího výstupku profilu	[m]
Rq	střední kvadratická odchylka profilu	[m]
Rsk	koeficient asymetrie profilu	[-]
Rv	hloubka největší prohlubně profilu	[m]
Rz	největší výška profilu	[m]
r	poloviční délka úhlopříčky vtisku	[m]
S	plocha vtisku indentoru	[m ²]
S	síra	
Si	křemík	
SiO ₂	oxid křemičitý	
SiO ₄	křemíko-kyslíkový tetraedr	
Ti	titan	
TiO ₂	oxid titaničitý	
ZrO ₂	oxid zirkoničitý	

1. ÚVOD

Technologie smaltování je známa již od starověku, kdy se používala k výrobě šperků a ozdobných předmětů. Jedním z nejstarších důkazů o existenci této technologie na našem území je svatováclavská koruna, jež obsahuje zbytky smaltu. Zlomovým okamžikem však byla polovina 19. století, kdy se začala rozšiřovat výroba smaltovaného plechového nádobí a litinových van. Tento typ smaltu se totiž nenanašel z ozdobných účelů, ale již jako povrchová úprava kovu – jako velice trvanlivá ochrana proti korozi.

Sklovitý smaltový povlak pokrývá a chrání povrch kovu. Je to anorganický nekovový materiál na bázi skla nanesený jako prášek nebo suspenze, který je následně vypálen. Takto vytvořená smaltová vrstva představuje dlouhodobou ochranu kovových produktů v různých typech agresivních prostředí. Na celém světě ubývá tradičních surovin pro výrobu korozivzdorných materiálů a jejich cena neustále stoupá. Z toho důvodu se široké uplatnění smaltů jeví jako velice perspektivní.

V současné době si aplikace sklokeramických smaltových povlaků nachází své místo také v oblasti medicíny. Jednou z nejdůležitějších vědeckých činností lékařství je jistě snaha o záchranu či rovnou výměnu poškozených lidských orgánů. Sklokeramické povlaky jsou řazeny mezi bioaktivní materiály, které vytváří vhodné podmínky pro úplnou symbiózu mezi implantátem a živou tkání. Vstupní složky přidané do těchto povlaků mají vliv na adaptaci a množení buněčných kultur. V lékařství je sklokeramika využívána na experimentální úrovni především pro povlakování titanových implantátů. Implantáty jsou v těle člověka ale mechanicky zatěžovány za působení biologického prostředí (tkáň, krev, atd.) a jelikož jsou sklovité povlaky křehké materiály, je třeba v tomto směru stále provádět výzkum a zlepšovat jejich vlastnosti.

2. DEFINICE A ROZDĚLENÍ SKLOVITÝCH POVLAKŮ

2.1 Definice smaltů

„Smalt je sklo komplikovaného chemického složení, které je upraveno tak, aby výsledné fyzikální a chemické vlastnosti umožnily jeho natavení na kov a vytvoření celistvého ochranného povlaku na kovu“. [1]

2.2 Rozdělení smaltových povlaků

Hlavní složkou při tvorbě smaltového povlaku je smaltářská frit. Jde o sklovitý anorganický materiál, vzniklý natavením speciální směsi smaltářských surovin do ne úplně homogenního stavu a následným prudkým ochlazením. Vlastnosti a využití smaltu lze tedy nejvíce ovlivňovat právě chemickým složením této frity.

Podle chemického složení frity a druhu podkladového materiálu, na který má být povlak nanesen lze smalty rozdělit do tří skupin:

- smalty na ocelový plech,
- smalty na šedou litinu,
- smalty na neželezné kovy.

Dále se smalty dělí dle jejich funkce na:

- základní,
- krycí,
- jednovrstvé (přímé). [2]

2.2.1 Základní smalty

Jejich hlavní funkcí je vytvoření přídržné mezivrstvy mezi podkladovým kovem a následně nanesenou vrstvou funkčního smaltového povlaku. Jde tedy téměř výhradně o dvouvrstvý systém. Po vytvoření základní vrstvy se na ni nanáší další krycí vrstva, která se taktéž vypálí. Teplota vypalování základního smaltu je zhruba o 30 °C vyšší než při vypalování krycího smaltu a bývá maximálně do 900 °C. Tloušťka nánosu základního smaltu by měla být co nejmenší (cca 100 μm). [3]

2.2.2 Krycí smalty

Tento typ smaltů je funkčním povlakem, který je nositelem užitných chemických, termických, mechanických a optických vlastností povlaku. Podle druhu použité frity se krycí smalty dále dělí na zakalené, polozakalené (polotransparentní) a transparentní. [3]

2.2.3 Jednovrstvé (přímé) smalty

Přímé smalty jsou výsledkem kombinace vlastností smaltů základních a krycích. Složení frity je přizpůsobeno tak, aby povlak zajišťoval jak přídržné, tak i funkční vlastnosti. Jelikož se povlak nanáší jen v jedné vrstvě, jde o velmi efektivní a hospodárný proces smaltování. [3]

2.2.4 Smalty na ocelový plech

Smaltování oceli je v současnosti jedna z nejpoužívanějších aplikací těchto povlaků. V tomto případě je běžnou metodou nanášení smaltu ve dvou vrstvách – základní + krycí. Vypalovací teplota se pohybuje v rozmezí 760 až 860 °C. Nejčastěji slouží k povrchové ochraně ocelí třídy 11, ve speciálních případech se pak smaltují i oceli z třídy 17. [1]

2.2.5 Smalty na šedou litinu

Při smaltování litiny se využívá schopnosti smaltového povlaku zalévat nerovnosti povrchu vzniklé mechanickým opracováním. Smalty na litinu také zaručují velmi dobrou přídržnost, lze je tedy aplikovat i v jedné vrstvě. Avšak tloušťka nánosu je větší, než u smaltů na ocel. Vypalovací teplota by měla být v rozsahu 700 až 900 °C. [1]

2.2.6 Smalty na neželezné kovy

Co se týče technologie smaltování neželezných kovů, jsou nejdůležitějšími zástupci těchto kovů hliník, měď a jejich slitiny. Jelikož má hliník velký koeficient tepelné roztažnosti a relativně nízký bod tání, je při volbě složení smaltů na hliník důležité k tomuto přihlížet. Vypalovací teplota tohoto smaltu je asi 530 °C a tloušťka nánosu maximálně 100 μm. U smaltů na měď je tomu obdobně, vypalovací teplota je však zhruba 600 °C. V poslední době se smalty aplikují také na titan a jeho slitiny, jde zejména o povlakování tělních implantátů. [1]

3. SLOŽKY SKLOVITÉHO SMALTOVÉHO POVLAKU

Sklovitý smaltový povlak vzniká tepelným zpracováním (vypalováním) nanesené vrstvy smaltéřského prášku nebo smaltéřské břečky v podobě suspenze.

Základní surovinou pro výrobu smaltu a nositelem jeho vlastností je frit. „Vyrábí se tavením oxidických složek kmene (SiO_2 , Al_2O_3 , CaF_2 , K_2O , Na_2O , B_2O_3 , MnO_2 , CaO), které získáme ze surovin na bázi sklářských písků, živců, uhličitů atd. Vzniklá tavenina skloviny speciálního chemického složení se prudce ochladí, nejčastěji litím do vody za vzniku granulí nebo šupin skla.“ [3]

3.1 Sklo

Sklo je pevná anorganická látka homogenní struktury. Protože je výsledkem rychlého zchlazení kmenové taveniny, nemá dostatek času k zformování pravidelné krystalické mřížky. Většina skel obsahuje oxid křemičitý, oxid vápenatý a různé alkálie kvůli vysoké teplotě tavení křemičitého písku. Jedná se o látky izotropní a jejich vlastnosti se plynule mění se vzrůstající teplotou.

Primární strukturní jednotkou křemičitých skel je tetraedr SiO_4 . Vazby mezi kationtem křemíku a anionty kyslíku vykazují vysokou pevnost a jsou iontově kovalentní. Uspořádání těchto stavebních jednotek na krátkou vzdálenost odpovídá krystalům, avšak na velkou vzdálenost v prostoru se shlukují nepravidelně.

Na rozdíl od skla není smaltéřská frit úplně zbavena plynů a nemusí být vždy homogenní (např. skelné krystalické povlaky). [3]

3.2 Keramika

Keramikou nazýváme pevné anorganické nekovové polykrystalické látky připravené spékáním práškových surovin za vysokých teplot. Tradiční výroba vychází z použití jemných plastických zemin (kaolín, jíla). Struktura keramických materiálů je v zásadě heterogenní, polykrystalická a polyfázová. [3]

3.3 Jíl

Jíl je možno definovat jako nezpevněnou horninu složenou z jílových minerálů a dalších příměsí (úlomky hornin), přičemž velikost jednotlivých zrn nepřesahuje 20 μm . Ve spojení s vodou je plastickou hmotou, která po vypálení tuhne. [4]

Pokud se provádí smaltování technologií nanášením za mokra, je jíl významnou suspenzační přísadou. Zabraňuje sedimentaci rozemletých částic frity a po vysušení zajišťuje přijatelnou pevnost směsi. [3]

3.4 Voda

Smaltéřská břečka se kromě frity a již zmíněného jílu připravuje z vody. V průběhu společného mletí těchto složek se nastartují určité nezbytně nutné fyzikálně chemické reakce. Ty pokračují během skladování, nanesení na podkladový kov, až do vysoušení. Obsah vody v břečce tímto ovlivňuje kvalitu výsledného povlaku a činí 30 až 45 %. [3]

Bude-li fritka nanášena suchou metodou, jíl ani voda se v takovém případě nepřidává.

3.5 Mlýnské přísady

Tyto pomocné složky slouží k úpravě mechanických, chemických, tepelných nebo také optických vlastností a vyskytuje se jich celá škála. Přidávají se během mletí frity spolu s jílem a vodou na břečku, odtud název mlýnské.

- Přísady žáruvzdorné (mletý křemen)
- Přísady kalící a barvicí (oxid titaničitý, barvítka)
- Přísady stavěcí [3]

Technologie nanášení prášku v elektrickém poli vysokého napětí využívá vysokého měrného elektrického odporu prášku – z tohoto důvodu se prášek obaluje deriváty silanů. [1]

4. KOROZE SMALTOVÝCH POVLAKŮ

Vysoká chemická odolnost patří mezi nejdůležitější žádoucí vlastnosti smaltů. Korozní napadení sklovitých smaltových povlaků je způsobeno výhradně chemickými nebo fyzikálně-chemickými procesy, kdy dochází k jejich rozpouštění nebo vyluhování. Kovy naproti tomu podléhají především korozi elektro-chemické. Korozní proces je závislý na chemickém složení smaltu a druhu korozního prostředí. [1]

4.1 Koroze v kyselém prostředí

Odolnost smaltů proti roztokům minerálních kyselin závisí do značné míry na schopnosti hydrolýzy a rozpustnosti součástí smaltu. Kyselinovzdornost smaltů zvyšují SiO_2 , Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 , Li_2O , naproti tomu oxidy Na_2O , PbO , CaO kyselinovzdornost značně snižují. [2]

4.2 Koroze v alkalickém prostředí

Alkalické prostředí působí na všechny silikáty mnohem agresivněji než prostředí kyselé. V tomto prostředí dochází k napadení a následnému štěpení základní stavební jednotky silikátů – strukturní mříže SiO_4 . Z důsledku tohoto narušení přechází sklo do roztoku. Nedochozí k pasivaci, koroze prostupuje vrstvou povlaku do hloubky velice rychle a rovnoměrně. [1]

4.3 Koroze v prostředí vody a páry

Skelné smalty jsou za nízkých teplot velice odolné v prostředí všech druhů vod. Jiná situace však nastává při působení vody za vyšších teplot, zejména při varu. Důvodem koroze smaltu vodou je hydrolýza. [1]

5. FYZIKÁLNÍ VLASTNOSTI SMALTOVÝCH POVLAKŮ

Nejdůležitějšími vlastnostmi u smaltů jsou:

- celistvost povrchu,
- přídržnost smaltu ke kovu,
- mechanické vlastnosti,
- termické vlastnosti,
- optické vlastnosti,
- elektrické vlastnosti.

5.1 Celistvost a přídržnost smaltového povlaku

Základní podmínkou vhodných funkčních vlastností povlaku je jistě jeho celistvost. Speciálně, má-li sklovitý smaltový povlak chránit kov proti korozi, je jeho celistvost nesmírně důležitá. Schopnost smaltu vytvořit celistvý povlak při jeho natavení na kov a míra jeho vypálení se obvykle vyhodnocuje vizuálně nebo stanovením elektroizolačních vlastností. [1]

Dokonalé spojení smaltu s kovovým podkladem, které je předpokladem vzniku kompaktního systému, je umožněno přídržností nataveného povlaku. Podstatou přídržnosti jsou fyzikálně-chemické reakce na fázovém rozhraní kov – smalt. Hlavními přídržnými oxidy jsou CoO a NiO . Význam má také zdrsnění reliéfu podkladu, které přídržné vlastnosti příznivě ovlivňuje. [1]

5.2 Mechanické vlastnosti smaltů

5.2.1 Hustota

Hustota sklovitého smaltového povlaku závisí zejména na jeho chemickém složení, druhu a hustotě použité smaltéřské frity. Její hodnota se u běžných smaltů téměř neliší od hustoty samotného skla a činí 2400 až 2700 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$. [1]

5.2.2 Pevnost v tahu a tlaku

Pevnost v tahu je u smaltových povlaků poměrně nízká, jen asi 70 až 90 MPa. Je však prokázané, že např. u smaltovaného plechu dochází k porušení vrstvy smaltu až těsně před dosažením meze kluzu ocelového plechu, která je samozřejmě mnohonásobně vyšší. Ve výsledku se tedy mechanické vlastnosti vztahují na spojený celek. [1]

Naproti tomu pevnost v tlaku smaltu dosahuje obrovských hodnot, cca 700 až 1300 MPa. Uvedené vlastnosti však velice závisí na poměru tloušťky podkladového materiálu k tloušťce vrstvy smaltu. [2]

5.2.3 Pružnost

Smalt se řadí mezi křehké materiály. Sklovité a keramické materiály jsou charakteristické nízkou úrovní lomové houževnatosti (skla 0,5 až 1 $\text{Mpa} \cdot \text{m}^{1/2}$; keramika 0,5 až 12 $\text{Mpa} \cdot \text{m}^{1/2}$). Youngův modul pružnosti smaltu je přibližně třikrát menší než u oceli a mez průtažnosti je nízká. Také tažnost dosahuje velmi malých hodnot. [3]

5.2.4 Tvrdost

Tvrdost smaltových povlaků podle Mohsovy stupnice tvrdosti se nachází mezi 5. a 7. stupněm, což zhruba odpovídá tvrdosti živce. Pro orientaci se ještě uvádí srovnání tvrdosti smaltu s ocelí, kde smalt dosahuje pětkrát vyšších hodnot. Tuto vlastnost nejvíce ovlivňuje chemické složení a druh použité skloviny. Se zvyšujícím se obsahem oxidu křemičitého ve fritě roste i tvrdost. [1]

5.2.5 Odolnost proti abrazi

Z tvrdosti smaltu vyplývá jeho značná odolnost proti abrazi. Opět zde ale hraje roli chemické složení smaltu, především pak typ obsažených abrazivních látek. [1]

5.3 Tepelné vlastnosti smaltů

Běžné druhy smaltů běžně snáší teploty od $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ až do $500\text{ }^{\circ}\text{C}$. Těmto teplotám jsou schopné odolávat i dlouhodobě beze změny jejich pozitivních vlastností. Existuje však i speciální skupina smaltů žáruvzdorných, které jsou schopné vydržet vysoké teploty až do $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tepelnou odolnost ale udává chemické složení smaltu a také je nutno počítat s tím, že skla nemají výrazný bod tání a tak během zahřívání plynule přecházejí z pevného stavu do tekutého. [1]

Dalším velice významným faktorem je tepelná roztažnost, protože má vliv na napěťové stavy systému kov – smalt. Tento stav pak udává deformaci výsledného výrobku. Teplotní roztažnost smaltu tedy musí být menší než roztažnost podkladu (kovu), aby v povlaku nedošlo k tahovým napětím, ale naopak, aby v něm převládala napětí tlaková. [2]

Co se týče tepelné vodivosti sklovitých smaltů, tak se dá konstatovat, že je poměrně malá. Při teplotě 313 K ($39,85\text{ }^{\circ}\text{C}$) vykazuje hodnot $0,093$ až $0,114\text{ V}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Tepelnou vodivost ovlivňuje tloušťka a složení povlaku, dále potom jeho struktura a celistvost. [2]

5.4 Optické vlastnosti smaltů

Sklovité smaltové povlaky lze připravit v široké škále takřka všech barevných odstínů. Tohoto je možné dosáhnout přimícháním barvicích oxidů během tavby frit nebo při přípravném mletí suspenze.

Požadovaného zákalu a lesku povlaku se pak docílí dalšími úpravami jeho chemického složení a stupněm vypálení. Smalty se zhotovují v provedení lesklém, polomatném až matném. [1]

5.5 Elektrické vlastnosti smaltů

Jelikož mají smalty značný měrný elektrický odpor, řadí se mezi materiály nevodivé. Jejich využití v elektrotechnice je tak dáno především izolačními schopnostmi. Tato schopnost se využívá i při zkoušení celistvosti povlaku. [1]

6. KOV PRO SMALTOVÁNÍ

Nejvhodnějším materiálem pro aplikaci smaltových vrstev je:

- plech z oceli třídy 11 a speciálních ocelí,
- šedá litina,
- neželezný kov – hliník, měď.

6.1 Ocelový plech

Ocelový plech určený ke smaltování by měl vyhovovat řadě požadavků zaručujících vytvoření kvalitního smaltového povlaku. V opačném případě hrozí riziko vzniku defektů a nesplnění podmínky přídržnosti.

Ocel musí obsahovat minimum nežádoucích příměsí, nekovových vměstků, plynů a samozřejmě povrchových vad jako trhlin, rýh apod. Doprovodné a legující prvky musí být rovnoměrně rozloženy v celém objemu plechu.

Smaltovaná ocel se řadí k podeutektoidním ocelím o nízkém obsahu uhlíku. Velmi důležité je, aby ocel nebyla náchylná k tvorbě vodíkových vad ve smaltu (rybích šupin) a vykazovala dostatečnou odolnost proti deformaci za tepla. Ocel musí být také dobře mořitelná a svařitelná. [2]

Co se týče chemického složení oceli:

- $C < 0,1 \%$ - při vyšší koncentraci je zdrojem vad povlaku a deformace plechu.
- $Mn < 0,2 \%$ - při překročení obsahu zhoršuje mořitelnost.
- $S < 0,04 \%$ - nad tuto hodnotu zhoršuje celistvost povlaku.
- $P < 0,4 \%$ - do tohoto obsahu snižuje deformaci při vypalování.
- $Al < 0,01\%$ - zvyšuje odolnost proti stárnutí, tvárnost, tažnost a zjemňuje zrno.
- $Cu < 0,1 \%$ - vyšší obsah vede k tvorbě vad, snižuje mořitelnost.
- $Cr < 0,5 \%$ - při překročení této hranice činí potíže při smaltování.
- Ti - snižuje citlivost oceli k tepelnému zpracování při vypalování.
- Ni - působí příznivě z hlediska tvorby vad v povlaku.
- Si - při větším obsahu zvyšuje křehkost oceli, snižuje mořitelnost a přídržnost. [1]

6.2 Šedá litina

Smaltovat lze pouze šedá litina s především perlitickou strukturou, která při tepelném zpracování přechází na strukturu feritickou s rovnoměrně rozptýleným lamelárním grafitem. Smaltovatelnost šedé litiny pak udává hlavně její chemické složení: [2]

- C 3,2 až 3,4 %
- Si 2,5 až 2,8 %
- P 0,4 až 1 %
- Mn 0,4 až 0,6 %
- S < 0,09 %
- Cr < 0,05 %
- Mo < 0,02 %
- Ti < 0,05 %
- Ni < 0,2 % [1]

7. PŘEDÚPRAVA POVRCHU KOVU

Z důvodu velmi složitých fyzikálně chemických pochodů při vznikaní pevné vazby mezi kovem a vrstvou smaltu hraje obrovskou roli samotná příprava povrchu podkladu. Snahou této operace je docílit čistého povrchu zbaveného tuků, olejů, minerálních látek, rzi, okují, prachu a jiných nečistot. Neméně důležitým účelem je ale taktéž vytvoření geometricky příznivého prostředí, jež zaručí optimální průběh reakcí mezi podkladem a smaltem.

Obecně se povrchová předúprava člení na:

- chemickou,
- mechanickou. [1]

7.1 Chemická úprava povrchu

Chemická cesta způsobu úpravy povrchu materiálu je založena na reaktanci chemických činidel s ulpělými nečistotami na povrchu materiálu. Moderní doba si žádá realizaci tohoto procesu pomocí programově řízených automatizovaných výrobních linek s kontrolovaným průběhem operací. Mezi tyto operace chemické úpravy povrchu materiálu patří zejména odmašťování, moření, niklování a neutralizace s pasivací.

7.1.1 Odmašťování

Nejdůležitější operací v celém chemickém procesu předúprav povrchu je jeho odmaštění. Je časově hodně náročné a důraz klade důraz na přesné dodržení technologického postupu.

Odmaštěním se z povrchu výrobku uvolňují zbytky konzervačních a mazacích olejů, vosků, prachu a podobných nečistot. Jako odmašťovací prostředek se nejčastěji využívá speciálních alkalických roztoků nebo organických rozpouštědel. [1]

7.1.2 Moření

Je-li povrch kovu vhodně odmaštěn a opláchnut, následuje operace moření. To je charakterizováno odstraňováním nežádoucích oxidických vrstev (rez, okuje) a vytvořením vhodného reliéfu povrchu. Podstata moření spočívá v působení kyselin na tyto oxidy, které je převádí na rozpustné soli a následujícím oplachu vodou. V praxi se obvykle moří ponorem v kyselině sírové, chlorovodíkové nebo fosforečné. [1]

7.1.3 Niklování

Niklování se využívá převážně u technologie přímého smaltování z důvodu výborných přídržných vlastností niklu. Operace niklování funguje tak, že se ze zředěných roztoků síranu nikelnatého v prostředí kyseliny sírové a dalších přísad na povrchu mořeného kovu vytváří vrstvička niklu. [1]

7.1.4 Neutralizace

Po provedení předchozích operací musí výrobek projít neutralizačním procesem. Úkolem toho je neutralizovat zbytky kyselin na povrchu kovu, čímž se zastaví další nechtěný průběh reakcí. Neutralizace běžně probíhá ve vanách se zředěným roztokem solí alkalických kovů. Poté se součást vysouší. [1]

7.2 Mechanická úprava povrchu

V případě mechanické úpravy povrchu materiálu před smaltováním se volí technika otryskávání. Tímto způsobem lze opracovat povrch výrobků z tlustostěnných ocelových plechů nebo také ze šedé litiny. [1]

7.2.1 Otryskávání

Funkcí otryskávání je kromě samotného vyčištění od rzi, okují a mastnot také zdrsnění povrchu. Čím drsnější podkladový kov totiž je, tím lépe k jeho povrchu smalt přilne.

Výrobek prochází operací otryskávání tak, že se proti jeho povrchu velikou rychlostí vrhá tryskáci materiál. Nárazem dochází k uvolnění zakotvených nečistot a plastické deformaci povrchové vrstvy.

Otryskávací směsí bývá vhodně zvolená kombinace oblých a ostrohranných částic. Ve smaltovnách je to hlavně ocelová a litinová drť, ocelový granulát, sekaný drát, syntetický korund. Tryskací zařízení (tryskače) udělují tryskácímu materiálu dostatečnou kinetickou energii. Dostupné jsou ve dvou provedeních. První z nich pracuje na základě využití energie stlačeného vzduchu, druhý model metá tryskáci materiál za pomoci mechanické energie rotujících lopatkových kol.

Finální kvalita povrchu je nejvíce podmíněna nárazovou energií, materiálem, hmotností, tvrdostí, tvarem a úhlem dopadu tryskácího prostředku. [1]

8. TECHNOLOGIE SMALTOVÁNÍ

Smaltování je relativně složitý výrobní proces, při kterém se zhotovuje smaltový povlak. Jeho náročnost je dána především značným rozdílem vlastností kovu a sklovitého povlaku. V technické praxi se technologie smaltování realizuje jednotlivými po sobě jdoucími operacemi, jejichž výsledkem je dokonalé spojení obou fází systému při zachování vyhovující kvality povlaku.

Obecně lze výrobní proces shrnout do následujících operací:

- tavení a fritování,
- sušení frity – odstranění vody z granulí a šupin skla po fritování,
- příprava smaltéřské suspenze nebo smaltéřského prášku,
- nanesení vrstvy na podkladový kovový materiál,
- sušení nanesené vrstvy smaltéřské břečky (u prášku sušení odpadá),
- tepelné zpracování nánosu – vypalování,
- ochlazování na vzduchu. [1]

8.1 Tavení a fritování

Směs surovin tvořících tzv. kmen, jehož hlavní složky jsou křemen, uhličitan sodný, tetraboritan sodný, živce, fluoridy a další oxidy a uhličitany kovů, je taveno za teplot 1150 až 1350 °C podle druhu frity. Při tavení dochází k velmi složitým chemickým a fyzikálním procesům, které zahrnují polymorfní přeměny, tepelné rozklady, tání nízkotavicích složek a reakce mezi složkami směsi surovin.

Technologický proces tavení frit probíhá ve dvou etapách:

- vlastní tavení – převedení tuhé fáze na kapalnou taveninu,
- čeření a homogenizace – odplynování a vyrovnání chemického složení.

Tavící proces je zakončen fritováním, tzn. prudkým ochlazením taveniny. To je možno provést litím taveniny do studené vody (za vzniku granulek) nebo litím mezi ocelové vodou chlazené válce (získají se šupinky). Nyní se vzniklá frit suší a balí do pytlů. [1]

8.2 Příprava smaltéřské břechky a prášku

To jak bude fritra nadále zpracována, závisí na metodě nanášení na kovový podklad. Základním kritériem následujícího rozdělení je tak stav nanášeného materiálu.

- Nanášení za mokra – smaltéřská suspenze (břechky)
- Nanášení za sucha – smaltéřský prášek

8.2.1 Smaltéřská břechka

Z fyzikálního hlediska je smaltéřská břechka heterogenní mnohosložkový systém tuhých částic dispergovaných ve vodě. Při její přípravě se fritra v určitém poměru mísí s jílem, vodou a dalšími přísadami. Tohle se běžně děje mletím v kulových mlýnech různých velikostí od 400 do 4000 l. Mlecí bubny se vykládají keramikou, případně otěruvzdornou pryží a jako mlecí elementy se volí keramické koule či válečky. Dominující faktory ovlivňující průběh mletí jsou otáčky bubnu, rozměry a hmotnost mlecích elementů a hmotnost mletého materiálu.

Suspenze se má dále zpracovat teprve po uplynutí 24 hodin, kdy probíhá její zrání. [1]

8.2.2 Smaltéřský prášek

Výroba práškových smaltů je charakteristické mletím za sucha. Výchozí surovinou je opět smaltéřská fritra, ovšem bez přídavku jílu a vody. Tato technologie je používána pro smaltování litiny pudrováním. Zařízení pro mletí je obdobné jako při mletí břechky, ale větší důraz je kladen na čistotu vstupních surovin a pracovního prostředí.

Speciálním případem je prášek upravený pro metodu nanášení smaltu v elektrickém poli vysokého napětí. Po semletí frity na vibračních mlýnech následuje tzv. hydrofobizace, což je proces, kdy dochází k obalení prášku dielektrikem. Uplatňuje se především mechanizovanými linkami v automobilovém průmyslu. [1]

8.3 Nanášení smaltu

Vrstva smaltu se na povrchu podkladu zhotovuje různými technologickými metodami lišících se od sebe způsobem přípravy smaltovacích materiálů, fyzikálním principem mechanismu vytváření povlaku a dalšími charakteristickými znaky.

Při volbě vhodné metody nanášení je třeba brát v úvahu kritéria, které rozhodují o celkové efektivitě tohoto procesu. Jde především o tato kritéria:

- tvar, velikost a hmotnost výrobku,
- funkční vlastnosti aplikovaného smaltu,
- sériovost výrobku,
- technická úroveň technologie smaltování. [1]

8.3.1 Nanášení za mokra

Metody realizované mokrou cestou dnes v praxi představují nejrozšířenější a hojně používaný způsob nanášení smaltů. Při nanášení za mokra jde o nanášení smaltéřské břečky. Ta ale není svým chemickým složením totožná se smaltovým povlakem. Po nanesení se břečka suší, čímž vzniká vrstva biskvitu, která po vypálení tvoří vrstvu smaltu. Podle odlišnosti mechanismu vytváření vrstvy se jednotlivé techniky nanášení suspenze dělí na:

- stékačské metody – máčení, polévání, vakuové nanášení;
- stříkačské metody;
- elektroforetickou metodu.

Nanášení máčením je typické ponořením výrobku do máčecí vany s příslušně upravenou suspenzí. Po vynoření je produkt díky reologickým vlastnostem břečky pokryt rovnoměrnou vrstvou nánosů. Tento proces bývá plně automatizován pomocí nejrůznějších nanášecích zařízení a bývá doplněn o sušicí linky. Jde o konvenční metodu nanášení používanou pro výrobky menších rozměrů, a to převážně na aplikaci základního smaltu.

Nanášení poléváním se provádí často tam, kde je nemožno z důvodu tvarové složitosti výrobku, využít předchozí metody. Polévání má tedy své opodstatnění u tvarově náročných produktů při aplikaci krycího smaltu.

Vakuové nanášení slouží téměř výhradně k nanášení smaltu na vnitřní stranu uzavřených dutých součástí. Podtlak se vnitřním prostorem součásti vytváří proto, aby rychlost posunu hladiny smaltéřské suspenze k plochám výrobku byla v požadovaných tolerancích.

Stříkáci metody nanášení jsou založeny na rozprašování smaltéřské břečky tlakem vzduchu v rozprašovací trysce tlakové pistole. Po dopadu kapek se v důsledku vztlačení a dilatace na povrchu produktu tvoří povlak. Stříkání se provádí v podtlakových kabinách, které chrání pracovníka před vdechováním částic suspenze. Výhoda této metody spočívá jak v technologické, tak finanční dostupnosti. Nevýhodou jsou ale velké nároky na přesné nasměrování pistole a poměrně velká spotřeba smaltu. Stříkání je velmi rozšířenou metodou nanášení smaltu předně na rozměrové a tvarově náročné výrobky.

Elektroforetické nanášení je svým principem zcela odlišné od ostatních uvedených mokřích technologií. Tvorba rovnoměrné vrstvy je funkcí orientace elektricky nabitých částic břečky ve vodním prostředí, které jsou přitahovány ke stěnám výrobku, jenž má opačný náboj. Tato metoda je sice velice náročná na technologické vybavení, ale dosahuje mimořádně kvalitní povlaku z hlediska rovnoměrnosti a celistvosti nanesené vrstvy. Vhodné pro velkosériovou výrobu. [1]

8.3.2 Nanášení za sucha

Nanášecí metody, při nichž se vrstvička smaltu utváří za sucha je možno rozdělit na:

- nanášení za tepla – pudrování,
- nanášení za studena – elektrickým polem.

Proces nanášení prášku pudrováním začíná ohřevem smaltovaného výrobku na teplotu do 900 °C, což je dostatečná teplota k natavení částic nanášeného prášku. Tím dochází ke zkapalnění a následnému spojení těchto jemných částíček pudru na povrchu kovu. Závěrečnou fází tohoto procesu je pak vypalování nanesené vrstvy, při němž se natavování smaltu ukončí. Operace nanášení a vypalování jsou souběžné a navzájem se prolínají.

Nanášení práškových smaltů v elektrickém poli je nejnovější způsob vytváření smaltových povlaků. Základním předpokladem pro správnou funkci této techniky nanášení je obalení prášku vhodným dielektrikem kvůli zvýšení měrného odporu. Fyzikální princip spočívá ve využití elektrického pole, kdy částice smaltu získávají elektrický náboj a pohybují se směrem k výrobku s opačným nábojem. V důsledku toho jsou minimalizovány ztráty způsobené postříkem a vytváří se rovnoměrný nános. [1]

8.4 Sušení smaltového nánosu

V případě, že byla vrstva smaltu na povrch podkladu nanesena technologií za mokra, musí se před samotným vypálením nejprve důkladně zbavit vody. Voda by totiž mohla způsobit narušení smaltové vrstvy v podobě puchýřů a nepříznivě ovlivnit prostředí ve vypalovací peci. Sušení se realizuje na volném vzduchu, popřípadě v sušárnách proudícím vzduchem ohřátým na teplotu 60 až 130 °C. [1]

8.5 Vypalování smaltu

Závěrečným stádiem smaltování je vypalování nanesené vrstvy, které vede vytvoření sklovitého smaltového povlaku požadovaných vlastností. Vypalování je definováno vypalovací teplotou, vypalovacím intervalem a vypalovací dobou. Vypalovací teplota se řídí podle druhu vypalovaného smaltu, obecně lze říci, že se nastavuje v rozmezí od 740 do 900 °C. Vypalovací dobu potom udává charakter výrobku a konstrukce vypalovací pece. [1]

8.5.1 Vypalovací pece

Podle konstrukčního provedení se vypalovací pece dělí na vsázkové (komorové) a kontinuální. Dále je pece možno dělit dle druhu paliva resp. dodávané energie na plynové, olejové a elektrické. [1]

9. VYUŽITÍ SMALTU V BIOLOGICKÉM PROSTŘEDÍ

Sklokeramické povlaky lze považovat za materiály bioaktivní. To znamená, že tvoří ideální podmínky pro symbiózu mezi implantátem a živou tkání. Speciálně upravené chemické složení těchto povlaků má příznivý vliv na adaptaci a množení buněčných struktur. Pórovitost sklokeramiky lze v tomto případě považovat za jistou výhodu, jež má za následek snadné přichycení buněk k implantátu. V medicíně je tak sklokeramika využívána na experimentální úrovni zejména pro povlakování titanových implantátů jako náhrada poškozených kostí a zubů. [5]

9.1 Inertní biokeramika

Inertní biokeramika je většinou založena na bázi korundu nebo oxidu zirkoničitého. Tento materiál živá tkáň toleruje, kostní trámce se však s implantátem nespojí chemickou vazbou. Kostní buňky osídlují povrch a v případě porézní keramiky vniká nově vytvořená kost do pórů. Organismus reaguje na přítomnost cizího tělesa vytvořením vazivového pouzdra. [6]

9.2 Resorbovatelná biokeramika

Resorbovatelnou biokeramiku tvoří základ vápenatých solí (fosforečnanů, uhličitanů, síranů). Jelikož se při obnovování kostní tkáně implantovaný materiál postupem času vstřebává, slouží tato biokeramika jen jako dočasná náhrada kosti. [6]

9.3 Bioaktivní materiály

Mezi bioaktivní materiály se řadí bioaktivní skla, bioaktivní sklokeramika, bioaktivní kompozity a hutný hydroxyapatit. Uvedené materiály mají schopnost tvořit pevnou chemickou vazbu s živou kostní tkání přímo, ne tedy prostřednictvím vaziva. [6]

10. METODIKA EXPERIMENTÁLNÍCH PRACÍ

Cílem experimentální činnosti bakalářské práce je vyhodnotit chování sklovitého smaltového povlaku v kontaktu s biologickým prostředím. Představiteli takového prostředí mohou být různé látky živočišného původu (např. voda obsahující mikroorganismy, rostlinné druhy potravin, tělní výměšky živočichů a jiné produkty živé přírody).

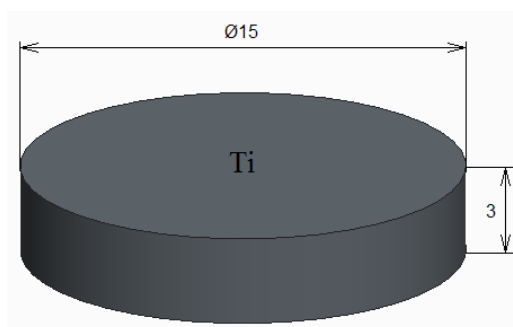
Při řešení experimentálních prací byl dodržen následující sled úkonů:

- Příprava zkušebních vzorků
- Předúprava povrchu zkušebních vzorků (odmašťování, sušení)
- Smaltování zkušebních vzorků
- Rozdělení zkušebních vzorků na sadu určenou pro kontakt s biologickým prostředím a sadu výchozí určenou ke srovnání výsledků
- Umístění vybraných zkušebních vzorků do činidla biologického prostředí (prasečí krve)
- Měření tloušťky smaltových povlaků dle ČSN EN ISO 2808
- Měření drsnosti smaltových povlaků dle ČSN EN ISO 4287
- Měření mikrotvrdosti smaltových povlaků dle ČSN ISO 4516
- Stanovení lomové houževnatosti smaltových povlaků dle ČSN ISO 28079
- Vyhodnocení a porovnání výsledků experimentálních měření

11. EXPERIMENTÁLNÍ PRÁCE

11.1 Příprava zkušebních vzorků

K provedení experimentálních prací bylo k dispozici 18 vzorků z čistého titanu. Zkušební vzorky byly nařezány z tyče o průměru 15 mm na šířku 3 mm. Jejich povrch byl mechanicky předupraven kartáčováním a broušením.



Obr. 1 – Zkušební vzorek

11.2 Odmaštění zkušebních vzorků

Všechny zkušební vzorky byly před nanesením smaltéřské břechky řádně odmaštěny v ekologickém roztoku zásaditého přípravku „Simple Green“ s vodou o koncentraci 1:10. Doba pobytu vzorků v odmašťovací lázni byla stanovena na 5 minut. Po odmaštění následoval 2 minutový oplach v čisté vodě. V poslední fázi se vzorky 10 minut sušily v sušičce SN 30/4 při teplotě 100 °C a po vyjmutí chladly na vzduchu.

Tab. 1 – Naměřené hodnoty pH a teploty odmašťovací lázně

Odmašťovací lázeň		
před odmaštěním	pH 9,37	25,1 °C
po odmaštění	pH 9,32	24,6 °C

Tab. 2 – Naměřené hodnoty pH a teploty oplachové lázně

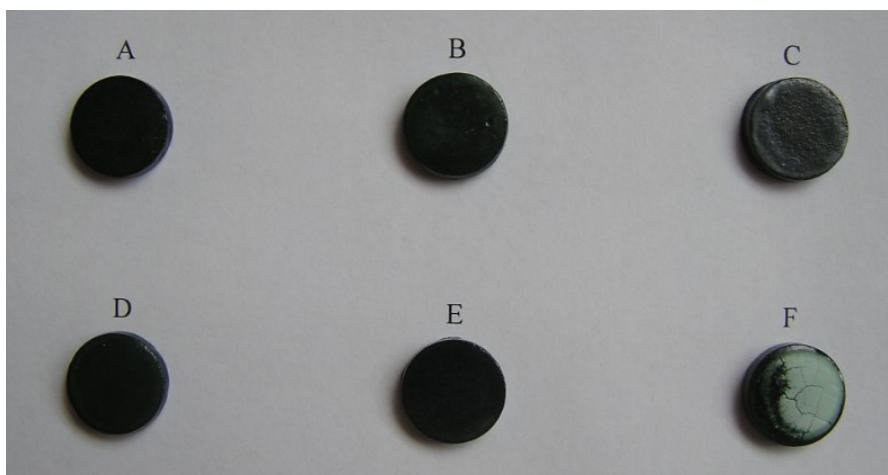
Oplachová lázeň		
před odmaštěním	pH 8,29	23,4 °C
po odmaštění	pH 8,27	23,2 °C

11.3 Smaltování zkušebních vzorků

11.3.1 Použité druhy smaltových povlaků

Na titanové vzorky byly nanесeny tyto druhy smaltů:

- A) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012
+ jemný jíl FERRO 3%
- B) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ jemný jíl FERRO 6%
- C) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012
+ klasický jíl FERRO 6%
- D) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ klasický jíl FERRO 8%
- E) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012
+ kaolín T4 6%
- F) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ kaolín T4 8%



Obr. 2 – Použité druhy smaltových povlaků

11.3.2 Nanášení smaltového povlaku

Po namíchání vstupních materiálů byly smaltéřské suspenze připraveny k nanesení způsobem za mokra. To proběhlo ručním stříkáním tlakovou pistolí ve speciální stříkací kabině pro sklokeramiku.



Obr. 3 – Stříkací kabina

11.3.3 Sušení smaltového povlaku

Aby mohlo dojít ke správnému vypálení nanesené vrstvy povlaku, musí zkušební vzorky projít procesem sušení. Vzorky tak byly na 15 minut umístěny do sušící pece SN 30/4, kde se za teploty 100 °C zbavily přebytečné vody.



Obr. 4 – Sušící pec SN 30/4

11.3.4 Vypalování smaltového povlaku

Smaltové povlaky zkušebních vzorků byly vypáleny v laboratorní peci HG 4/3. Vypalovací teplota základního smaltu byla u všech vzorků nastavena na 850 °C. V níže uvedené tabulce číslo 3 jsou doloženy doby vypalování každého smaltu. Po vytažení vzorků z vypalovací pece se ochlazovaly na volném vzduchu. Na polovině zkušebních vzorků (B,D,F) byl poté aplikován krycí smalt, jehož teplota vypalování byla 830 °C.



Obr. 5 – Vypalovací pec HG 4/3

Tab. 3 – Vypalovací doba smaltů

Označení	Popis smaltu	Doba vypalování
A	Základ FERRO + jemný jííl 3%	8 min
B	Základ FERRO + krycí PP 40821S + jemný jííl 6%	8 min
C	Základ FERRO + klasický jííl 6%	8 min
D	Základ FERRO + krycí PP 40821S + klasický jííl 8%	8 min
E	Základ FERRO + kaolín T4 6%	12 min
F	Základ FERRO + krycí PP 40821S + kaolín T4 8%	12 min

11.4 Biologické prostředí

Biologickým médiem se pro experiment stala prasečí krev. Sada zkušebních vzorků určená pro kontakt s biologickým prostředím byla umístěna do uzavřených sklenic s krví. Vzorky byly vystaveny působení prasečí krve po dobu 10 dní za konstantní teploty cca 23 °C. Po uplynutí této doby se vzorky opláchly proudem čisté vody.

11.5 Měření tloušťky smaltového povlaku

K měření tloušťky vrstvy smaltového povlaku byl využit digitální tloušťkoměr Elcometer 456 Model S. Tloušťka byla u každého vzorku změřena desetkrát na různých místech povlaku. Měření proběhlo před ponorem do krve.



Obr. 6 – Tloušťkoměr Elcometer 456 Model S

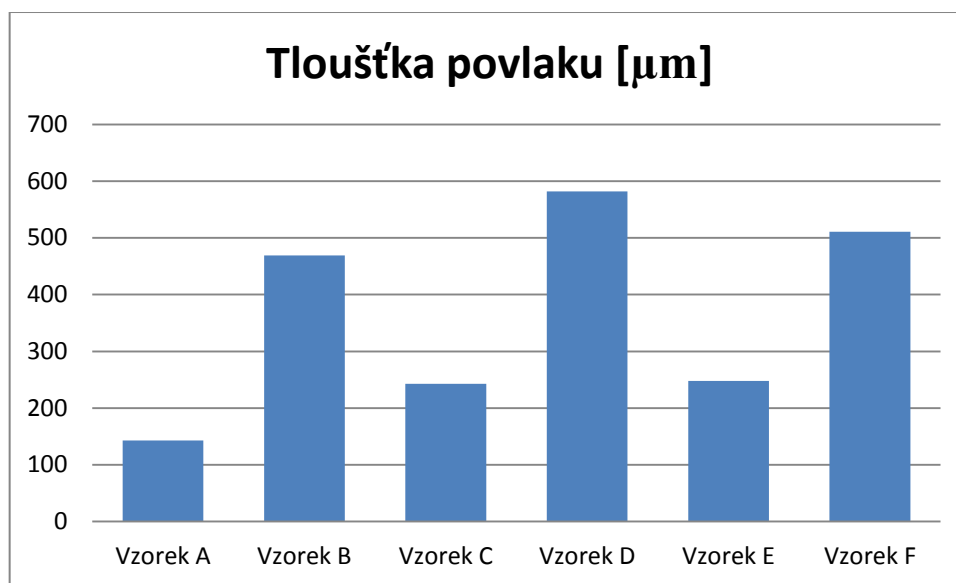
11.5.1 Naměřené hodnoty tloušťky smaltových povlaků

Tab. 4 – Naměřené hodnoty tloušťky povlaků

Číslo měření	Vzorek A [μm]	Vzorek B [μm]	Vzorek C [μm]	Vzorek D [μm]	Vzorek E [μm]	Vzorek F [μm]
1	137	474	215	569	239	512
2	146	473	248	596	250	518
3	150	450	249	569	249	508
4	147	485	250	566	261	534
5	144	462	247	589	251	508
6	141	409	243	590	246	510
7	145	479	248	584	244	504
8	142	486	244	592	257	525
9	141	484	245	577	242	502
10	141	489	238	587	243	489
Ø	143	469	243	582	248	511

11.5.2 Porovnání výsledků měření tloušťky smaltových povlaků

Graf 1 – Tloušťka povlaku smaltů



V grafu 1 je naznačena tloušťka jednotlivých sklovitých smaltových povlaků. Z výsledků je patrné, že jednovrstvé povlaky (A, C, E) dosahují mnohem menších tlouštěk ve srovnání s aplikací dvouvrstvého systému – základní + krycí smalt (vzorky B, D, F).

11.6 Měření drsnosti smaltového povlaku

Drsnost povrchu vypálené smaltové vrstvy byla stanovena za pomoci dotykového profilometru Mitutoyo Surftest SJ-301. K měření došlo u všech použitých vzorků před i po aplikaci do biologického média. Povrch byl měřen u každého vzorku desetkrát a to v příčném i podélném směru, aby byly výsledky co nejpřesnější.



Obr. 7 – Dotykový profilometr Mitutoyo Surftest SJ-301 [7]

Přehled měřených parametrů drsnosti:

- Ra – střední aritmetická odchylka profilu [μm]
- Rz – největší výška profilu [μm]
- Rq – střední kvadratická odchylka profilu [μm]
- Rp – výška největšího výstupku profilu [μm]
- Rv – hloubka největší prohlubně profilu [μm]
- Rsk – koeficient asymetrie profilu [-]
- Rku – koeficient špičatosti profilu [-]
- RLo – rozvinutá délka profilu [mm]

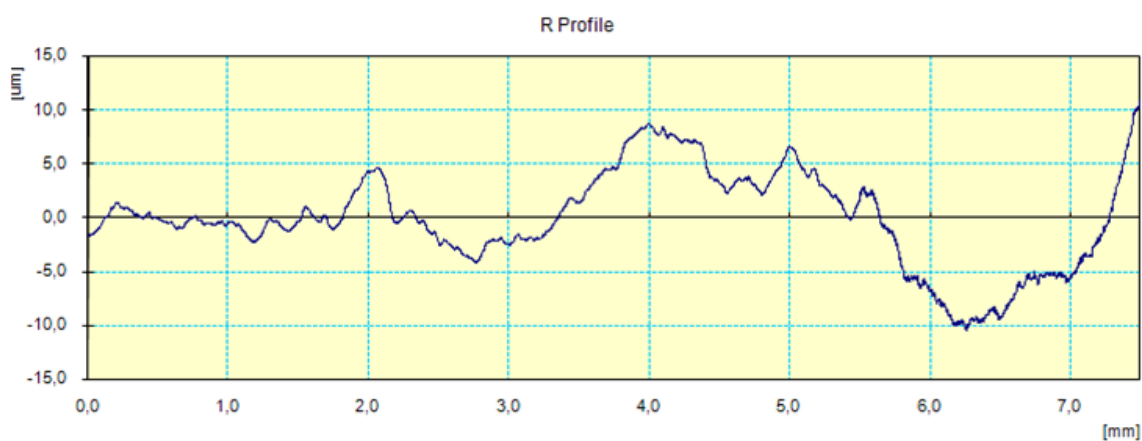
11.6.1 Naměřené hodnoty drsnosti povrchu smaltů před aplikací do krve

A) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ jemný jíl FERRO 3%

Tab. 5 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku A (před krví)

Parametry měření: $\lambda_c = 2,5\text{mm}$; $N = 3$; $L = 7,5\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	2,80	18,20	4,19	5,26	12,93	-1,05	6,99	2,506
2	2,93	11,71	3,33	4,87	6,85	-0,32	1,90	2,505
3	2,77	11,84	3,73	4,75	7,09	-0,51	3,35	2,505
4	2,67	9,91	3,28	4,47	5,44	-0,37	2,49	2,505
5	2,31	12,69	2,92	6,64	6,05	-0,17	2,69	2,505
6	2,90	13,29	3,50	6,92	6,37	0,13	2,15	2,501
7	3,30	17,14	3,97	9,41	7,72	0,10	2,43	2,503
8	2,24	11,91	2,80	6,95	4,96	0,63	3,02	2,505
9	3,48	14,34	4,08	7,93	6,41	0,30	2,12	2,502
10	3,38	13,77	3,98	8,02	5,75	0,63	3,06	2,502
Ø	2,88	13,48	3,58	6,52	6,96	-0,06	3,02	2,504

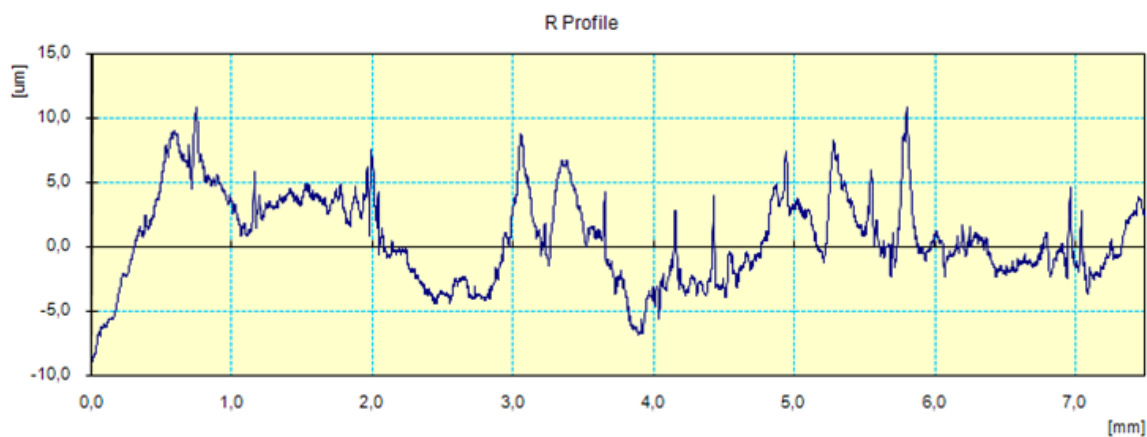


Obr. 8 – Profil drsnosti povrchu vzorku A pro 10. měření (před krví)

B) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ jemný jíl FERRO 6%

Tab. 6 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku B (před krví)

Parametry měření: $\lambda_c = 2,5\text{mm}$; $N = 3$; $L = 7,5\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	4,55	19,48	5,67	10,58	8,90	0,53	2,94	2,518
2	4,25	20,67	4,93	11,59	9,08	0,01	2,18	2,521
3	5,97	32,06	7,56	12,85	19,21	-0,46	2,53	2,527
4	3,15	16,28	3,73	8,33	7,95	-0,29	2,33	2,523
5	4,70	21,30	6,16	12,28	9,02	0,57	3,62	2,514
6	2,39	14,57	2,99	8,54	6,03	0,47	2,97	2,518
7	4,13	19,51	4,98	10,55	8,95	0,43	2,34	2,519
8	3,89	21,78	4,88	11,88	9,90	0,69	2,62	2,521
9	3,36	18,69	4,09	12,86	5,83	1,12	3,53	2,521
10	2,83	16,61	3,42	10,08	6,53	0,89	3,36	2,521
Ø	3,92	20,10	4,84	10,95	9,14	0,40	2,84	2,520



Obr. 9 – Profil drsnosti povrchu vzorku B pro 10. měření (před krví)

C) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ klasický jíl FERRO 6%

Tab. 7 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku C (před krví)

Parametry měření: $\lambda_c = 2,5\text{mm}$; $N = 3$; $L = 7,5\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	6,04	31,73	7,33	18,38	13,35	0,42	2,62	2,525
2	4,79	22,87	5,81	12,61	10,26	-0,21	2,41	2,521
3	4,70	23,65	5,55	12,74	10,91	-0,18	2,26	2,520
4	3,72	21,55	4,51	11,83	9,72	0,14	2,80	2,522
5	5,22	30,55	6,48	17,97	12,58	-0,01	2,51	2,529
6	5,25	28,06	6,37	14,72	13,34	-0,08	2,61	2,522
7	4,87	25,20	5,80	15,72	9,48	0,45	2,56	2,523
8	4,66	24,65	5,59	12,20	12,45	-0,56	2,65	2,524
9	4,02	21,87	4,82	12,68	9,19	-0,08	2,59	2,518
10	3,97	22,76	4,99	11,95	10,81	-0,10	2,73	2,523
Ø	4,72	25,29	5,73	14,08	11,21	-0,02	2,57	2,523

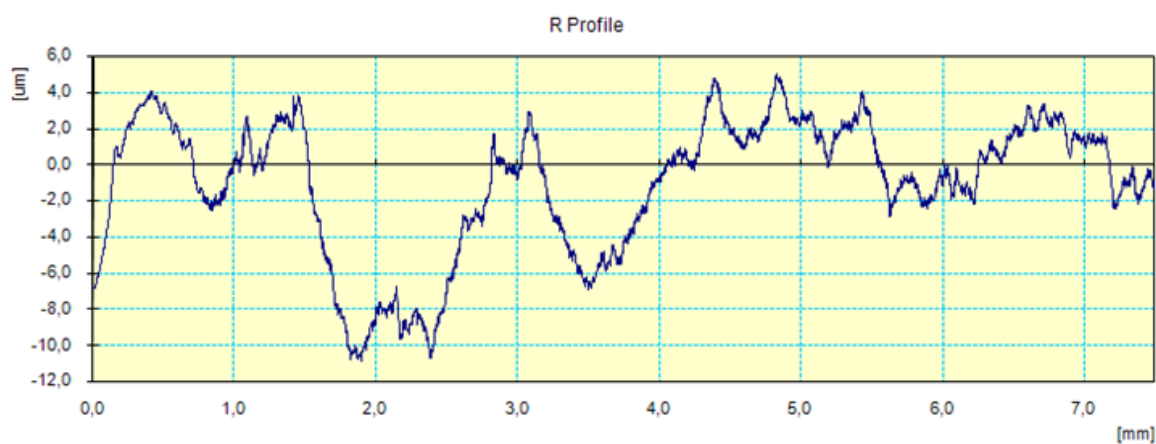


Obr. 10 – Profil drsnosti povrchu vzorku C pro 10. měření (před krví)

D) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ klasický jíl FERRO 8%

Tab. 8 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku D (před krví)

Parametry měření: $\lambda_c = 2,5\text{mm}$; $N = 3$; $L = 7,5\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	2,68	11,88	3,02	6,66	5,22	-0,17	2,17	2,508
2	2,03	9,27	2,38	3,94	5,33	-0,42	2,23	2,507
3	2,08	10,40	2,64	4,84	5,56	-0,25	3,12	2,505
4	3,21	12,85	3,93	5,27	7,59	-0,36	2,29	2,508
5	1,86	9,75	2,26	4,94	4,81	-0,21	2,73	2,507
6	4,13	15,00	4,84	7,81	7,18	-0,38	2,22	2,507
7	2,86	12,39	3,57	4,96	7,44	-0,11	2,42	2,508
8	2,98	11,28	3,63	4,00	7,28	-0,05	2,18	2,506
9	3,09	16,23	3,84	9,78	6,45	0,75	3,40	2,508
10	2,89	11,25	3,54	4,35	6,90	-0,55	2,14	2,507
Ø	2,78	12,03	3,37	5,66	6,38	-0,18	2,49	2,507



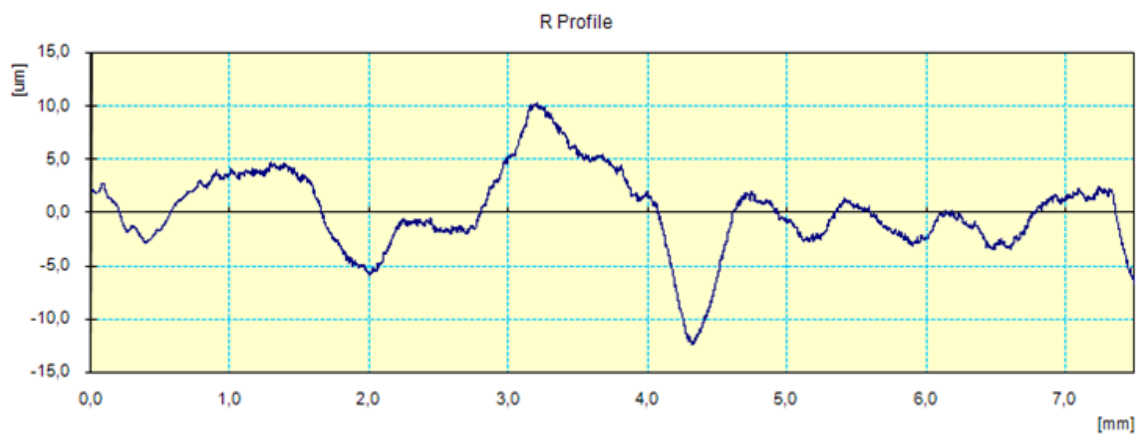
Obr. 11 – Profil drsnosti povrchu vzorku D pro 10. měření (před krví)

E) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ kaolín T4 6%

Tab. 9 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku E (před krví)

Parametry měření: $\lambda_c = 2,5\text{mm}$; $N = 3$; $L = 7,5\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	2,13	10,51	2,71	5,44	5,06	0,29	2,64	2,506
2	3,08	15,69	4,08	6,80	8,89	-0,53	3,50	2,506
3	3,94	17,04	4,84	8,33	8,71	0,51	2,78	2,506
4	2,46	9,51	2,85	5,83	3,67	0,23	2,52	2,506
5	2,91	12,51	3,62	7,67	4,84	0,75	2,30	2,507
6	3,13	12,84	3,61	6,62	6,22	0,45	1,80	2,506
7	2,93	14,40	3,55	8,45	5,95	0,55	2,16	2,506
8	3,48	15,23	4,12	5,92	9,31	-0,26	2,56	2,506
9	2,34	10,43	2,68	4,90	5,53	0,33	2,00	2,506
10	2,89	14,10	3,52	5,74	8,37	-0,49	2,46	2,506
Ø	2,93	13,23	3,56	6,57	6,66	0,18	2,47	2,506



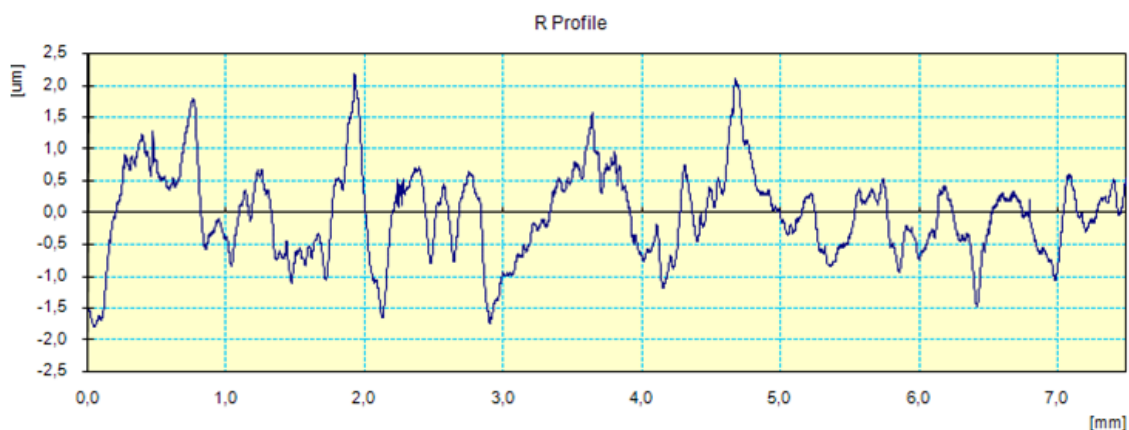
Obr. 12 – Profil drsnosti povrchu vzorku E pro 10. měření (před krví)

F) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012

+ kaolín T4 8%

Tab. 10 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku F (před krví)

Parametry měření: $\lambda_c = 2,5\text{mm}$; $N = 3$; $L = 7,5\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	0,61	3,12	0,73	1,52	1,60	-0,16	2,26	2,500
2	0,61	4,42	0,75	2,51	1,91	0,00	2,83	2,500
3	0,65	5,18	0,86	3,07	2,12	0,51	7,59	2,501
4	0,84	5,43	1,08	2,42	3,01	-0,22	3,09	2,500
5	0,77	4,65	0,98	2,15	2,49	-0,15	2,99	2,500
6	0,72	4,10	0,92	2,32	1,78	0,41	3,37	2,500
7	1,12	7,92	1,42	5,47	2,45	0,25	4,01	2,505
8	0,50	3,40	0,65	1,75	1,65	-0,16	3,43	2,499
9	0,56	3,14	0,69	1,67	1,46	0,44	2,68	2,499
10	0,55	3,30	0,67	1,62	1,68	-0,38	2,87	2,499
Ø	0,69	4,47	0,88	2,45	2,02	0,05	3,51	2,500



Obr. 13 – Profil drsnosti povrchu vzorku F pro 10. měření (před krví)

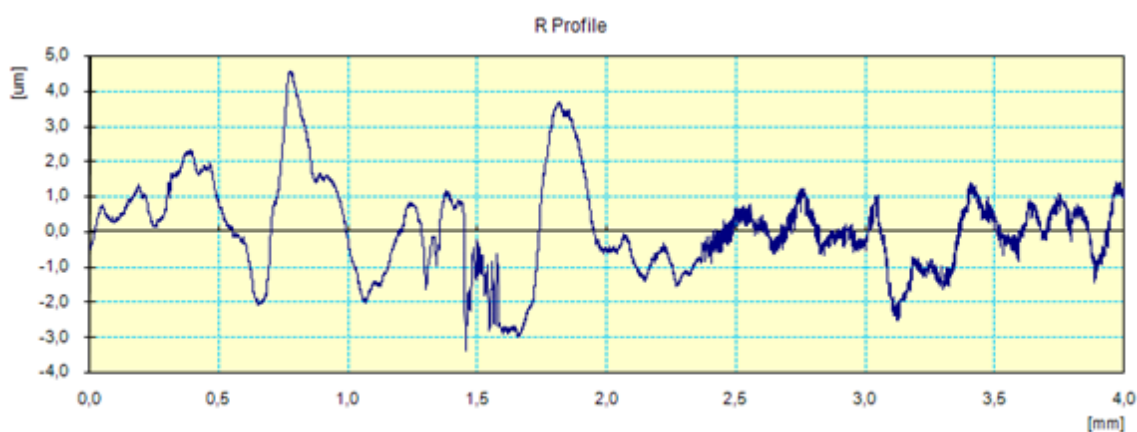
11.6.2 Naměřené hodnoty drsnosti povrchu smaltů po aplikaci do krve

A) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ jemný jíl FERRO 3%

Tab. 11 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku A (po krvi)

Parametry měření: $\lambda_c = 0,8\text{mm}$; $N = 5$; $L = 4\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	0,72	3,70	0,89	1,85	1,85	-0,07	2,67	0,802
2	0,79	3,72	0,95	1,78	1,94	-0,05	2,57	0,801
3	0,77	3,56	0,93	1,74	1,82	-0,24	2,32	0,813
4	0,84	3,75	1,03	1,92	1,83	0,31	2,27	0,801
5	1,19	6,55	1,45	2,62	3,93	-0,09	2,85	0,803
6	0,67	4,13	0,85	1,84	2,29	-0,09	4,17	0,817
7	1,09	5,21	1,26	2,34	2,87	-0,04	2,08	0,815
8	0,46	2,20	0,57	0,96	1,23	-0,49	2,67	0,802
9	1,11	5,05	1,41	2,74	2,31	-0,10	2,55	0,808
10	1,02	5,46	1,28	2,94	2,53	0,00	3,15	0,812
Ø	0,87	4,33	1,06	2,07	2,26	-0,09	2,73	0,807

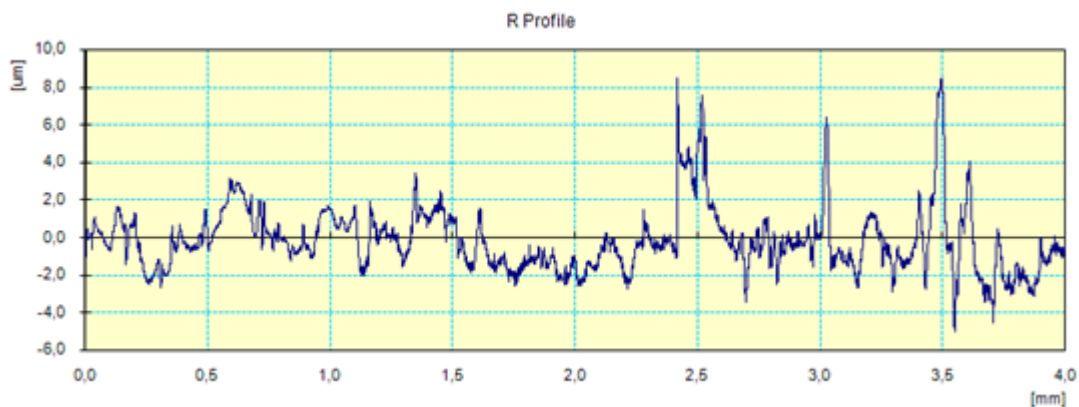


Obr. 14 – Profil drsnosti povrchu vzorku A pro 10. měření (po krvi)

B) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ jemný jíl FERRO 6%

Tab. 12 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku B (po krvi)

Parametry měření: $\lambda_c = 0,8\text{mm}$; $N = 5$; $L = 4\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	1,22	8,49	1,54	5,39	3,10	0,69	3,82	0,831
2	1,47	8,69	1,81	5,05	3,64	0,39	2,80	0,828
3	1,10	7,07	1,47	3,94	3,13	0,39	3,69	0,829
4	1,22	7,12	1,51	4,00	3,11	-0,09	3,25	0,806
5	0,94	5,72	1,16	3,61	2,11	0,77	3,23	0,828
6	1,37	8,36	1,73	4,85	3,51	0,30	3,60	0,820
7	1,60	11,35	2,10	6,89	4,46	-0,09	3,08	0,833
8	0,96	6,16	1,19	3,35	2,81	0,23	2,75	0,820
9	1,26	7,53	1,54	4,16	3,37	0,06	3,21	0,822
10	1,29	8,19	1,67	5,00	3,19	0,47	3,36	0,825
Ø	1,24	7,87	1,57	4,62	3,24	0,31	3,28	0,824



Obr. 15 – Profil drsnosti povrchu vzorku B pro 10. měření (po krvi)

C) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ klasický jíl FERRO 6%

Tab. 13 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku C (po krvi)

Parametry měření: $\lambda_c = 2,5\text{mm}$; $N = 5$; $L = 5\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	3,47	24,64	4,34	12,89	11,75	0,30	2,90	5,031
2	3,93	27,21	4,96	17,33	9,88	0,60	3,10	5,025
3	3,46	28,60	4,66	19,35	9,25	0,91	4,21	5,047
4	4,72	51,29	6,57	14,27	37,02	-1,46	8,99	5,047
5	4,85	43,26	6,31	21,74	21,52	0,04	4,23	5,050
6	4,84	35,21	6,12	23,66	11,56	0,96	3,45	5,068
7	3,94	27,52	5,21	17,09	10,43	0,81	3,99	5,037
8	4,33	36,25	5,68	17,81	18,44	-0,29	4,16	5,046
9	5,20	44,23	7,13	33,52	10,71	1,33	6,21	5,065
10	3,66	27,49	4,96	17,32	10,17	0,84	4,02	5,055
Ø	4,24	34,57	5,59	19,50	15,07	0,40	4,53	5,047



Obr. 16 – Profil drsnosti povrchu vzorku C pro 10. měření (po krvi)

D) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ klasický jíl FERRO 8%

Tab. 14 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku D (po krvi)

Parametry měření: $\lambda_c = 2,5\text{mm}$; $N = 5$; $L = 5\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	2,54	13,04	3,11	7,99	5,05	1,16	2,46	5,017
2	3,02	18,96	4,25	13,47	5,49	1,86	5,19	5,014
3	2,05	12,02	2,61	8,05	3,97	1,56	3,64	5,014
4	3,17	22,32	4,64	17,04	5,28	2,13	6,59	5,017
5	2,35	15,31	3,01	9,63	5,68	1,37	3,13	5,015
6	2,07	14,31	2,75	9,23	5,08	1,12	4,13	5,014
7	2,12	13,66	2,83	8,90	4,76	1,35	4,20	5,007
8	2,23	11,99	2,61	6,50	5,49	-0,11	2,15	5,016
9	2,23	16,25	2,68	5,19	11,06	-0,57	2,68	5,018
10	2,79	21,03	3,37	7,29	13,74	-0,45	3,29	5,008
Ø	2,46	15,89	3,19	9,33	6,56	0,94	3,75	5,014



Obr. 17 – Profil drsnosti povrchu vzorku D pro 10. měření (po krvi)

E) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ kaolín T4 6%

Tab. 15 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku E (po krvi)

Parametry měření: $\lambda_c = 2,5\text{mm}$; $N = 5$; $L = 5\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	2,25	13,07	2,82	5,38	7,70	-0,41	2,98	5,013
2	4,47	26,74	5,33	16,98	9,77	0,70	2,64	5,014
3	3,86	17,56	4,50	8,60	8,96	0,45	1,99	5,013
4	2,91	16,09	3,52	8,85	7,24	0,50	2,40	5,010
5	2,59	14,07	3,05	6,24	7,84	-0,01	2,06	5,013
6	3,71	22,96	4,76	7,56	15,40	-0,73	3,59	5,015
7	2,43	18,58	3,47	7,33	11,25	-0,34	4,34	5,014
8	2,60	15,65	3,13	5,97	9,68	-0,15	2,51	5,013
9	2,96	18,65	3,84	8,46	10,19	-0,09	3,37	5,014
10	2,01	15,52	2,79	4,70	10,82	-0,85	5,65	5,013
Ø	2,98	17,89	3,72	8,01	9,89	-0,09	3,15	5,013



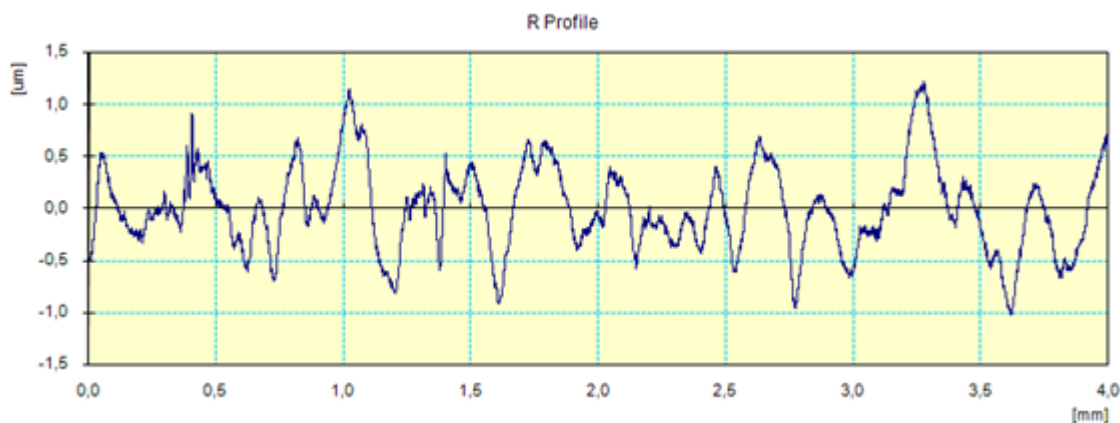
Obr. 18 – Profil drsnosti povrchu vzorku E pro 10. měření (po krvi)

F) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012

+ kaolín T4 8%

Tab. 16 – Naměřené hodnoty drsnosti na vzorku F (po krvi)

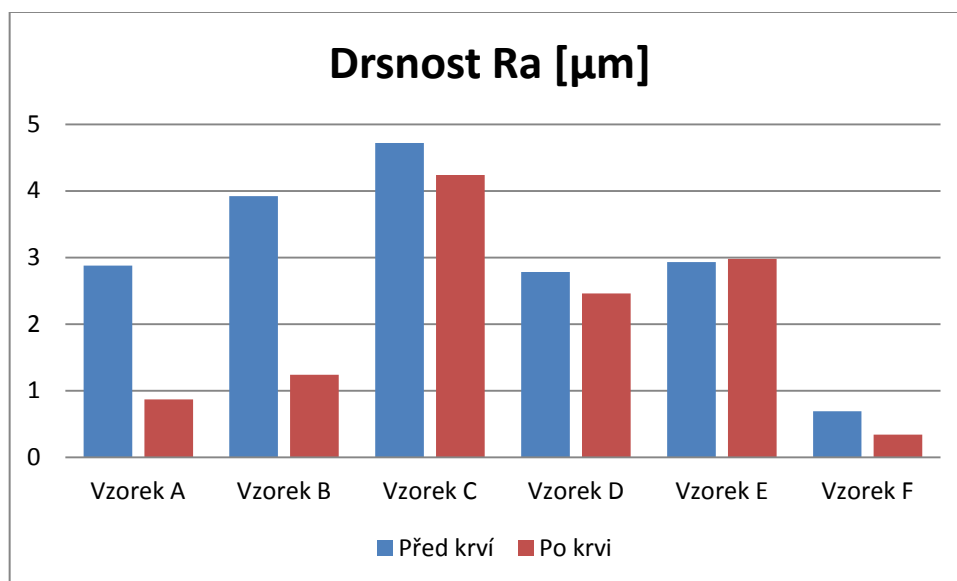
Parametry měření: $\lambda_c = 0,8\text{mm}$; $N = 5$; $L = 4\text{mm}$								
Číslo měření	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	0,37	1,95	0,46	1,00	0,95	0,01	2,56	0,800
2	0,33	1,83	0,41	0,94	0,90	-0,12	2,81	0,801
3	0,38	2,09	0,47	1,07	1,03	0,02	2,85	0,801
4	0,32	1,73	0,39	0,78	0,95	-0,33	2,54	0,800
5	0,35	1,97	0,46	0,91	1,06	-0,24	3,55	0,801
6	0,38	1,94	0,47	0,92	1,02	-0,01	2,63	0,800
7	0,29	1,70	0,36	0,92	0,78	0,31	2,79	0,800
8	0,37	1,97	0,46	1,03	0,94	0,12	2,47	0,801
9	0,32	1,65	0,40	0,75	0,90	-0,36	2,50	0,800
10	0,32	1,81	0,40	0,92	0,89	-0,01	2,64	0,800
Ø	0,34	1,86	0,43	0,92	0,94	-0,06	2,73	0,800



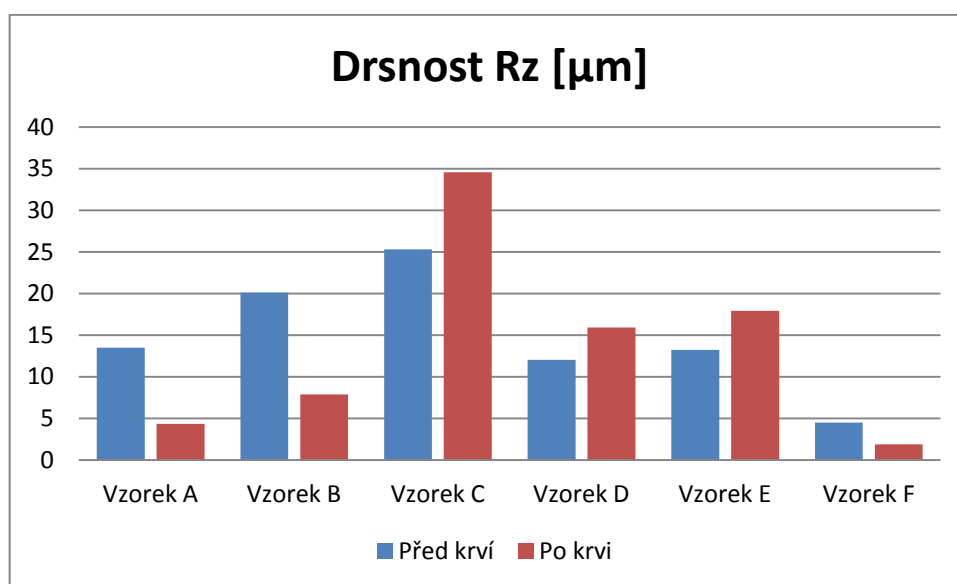
Obr. 19 – Profil drsnosti povrchu vzorku F pro 10. měření (po krvi)

11.6.3 Porovnání výsledků měření drsnosti povrchu smaltových povlaků

Graf 2 – Drsnost povrchu smaltů R_a



Graf 3 – Drsnost povrchu smaltů R_z



Na grafech 2, 3 je znázorněn vliv biologického prostředí (prasečí krve) na drsnost povrchu smaltových povlaků. K největším změnám došlo u vzorků A a B, kdy po expozici v krvi drsnost prudce klesla. Vzorky C a D vykazují mírný pokles drsnosti R_a , zatímco hodnoty R_z naopak vzrostly. Drsnost R_a u smaltu E zůstala prakticky stejná, zaznamenán byl pouze menší nárůst hodnot drsnosti R_z . U posledního vzorku F se drsnost stejně jako u A, B snížila.

11.7 Měření mikrotvrdosti a lomové houževnatosti smaltového povlaku

Mikrovrstnost sklovitých smaltových povlaků byla stanovena dle Vickerse pomocí Hanemannova mikrotvrdoměru na metalografickém pracovišti NEOPHOT 21. Princip uvedené metody spočívá v zatlačování diamantového čtyřbokého jehlanu (vrcholový úhel 136°) do povrchu zkušebního materiálu. Jehlan byl do smaltu vtlačován silou 1 N po dobu 10 s. Vzniklé vtisky byly promítnuty na monitor počítače a díky softwaru QuickPhoto Industrial 2.2 se určila velikost úhlopříček těchto vtisků. Po dosazení velikosti úhlopříček a zatěžující síly do příslušného vzorce $HV_{0,1}$ (1) pak byla počítačem automaticky vypočtena mikrotvrstnost.

Stanovení lomové houževnatosti navazovalo na předchozí měření mikrotvrdosti. Pro výpočet lomové houževnatosti je kromě délky úhlopříček nutné určit také délku trhlin vzniklých po zatlačení diamantového jehlanu. Ta byla stejně jako v předešlém případě vyhodnocena za pomoci softwaru QuickPhoto Industrial 2.2. Takto zjištěné hodnoty délky úhlopříček a trhlin byly dosazeny do vzorce K_{IC} (2,3) a následně byla vypočítána lomová houževnatost.



Obr. 20 – Metalografické pracoviště NEOPHOT 21 s PC

- Vzorec pro výpočet mikrotvrdosti dle Vickerse:

$$HV_{0,1} = \frac{F}{S} = \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1,8544 \cdot \frac{F}{d^2} \text{ [MPa]} \quad (1) \quad [3]$$

F – síla vtisku [N]

S – plocha vtisku [mm²]

α – vrcholový úhel jehlanu (Vickers 136°)

d – délka úhlopříčky vtisku [mm]

- Vzorec pro výpočet lomové houževnatosti pro Palmqvistovy trhliny:

$$K_{IC} = 0,035 \cdot \left(\frac{c}{r}\right)^{-\frac{1}{2}} \cdot \left(\frac{E \cdot k}{HV_{0,1}}\right)^{\frac{2}{5}} \cdot \left(\frac{HV_{0,1} \cdot r^{\frac{1}{2}}}{k}\right) \text{ [MPa} \cdot \text{m}^{\frac{1}{2}}] \quad (2) \quad [3]$$

Palmqvistovy trhliny: $0,25 < c/r < 1,5$

c – délka Palmqvistovy trhliny [m]

r – poloviční délka úhlopříčky vtisku [m]

E – modul pružnosti v tahu (E = 90 GPa)

HV_{0,1} – tvrdost dle Vickerse [MPa]

k – bezrozměrná konstanta (k ≈ 3)

- Vzorec pro výpočet lomové houževnatosti pro centrální trhliny:

$$K_{IC} = 0,129 \cdot \left(\frac{c}{r}\right)^{-\frac{3}{2}} \cdot \left(\frac{E \cdot k}{HV_{0,1}}\right)^{\frac{2}{5}} \cdot \left(\frac{HV_{0,1} \cdot r^{\frac{1}{2}}}{k}\right) \text{ [MPa} \cdot \text{m}^{\frac{1}{2}}] \quad (3) \quad [3]$$

Centrální trhliny: $c/r > 2,5$

c – délka centrální trhliny [m]

r – poloviční délka úhlopříčky vtisku [m]

E – modul pružnosti v tahu (E = 90 GPa)

HV_{0,1} – tvrdost dle Vickerse [MPa]

k – bezrozměrná konstanta (k ≈ 3)

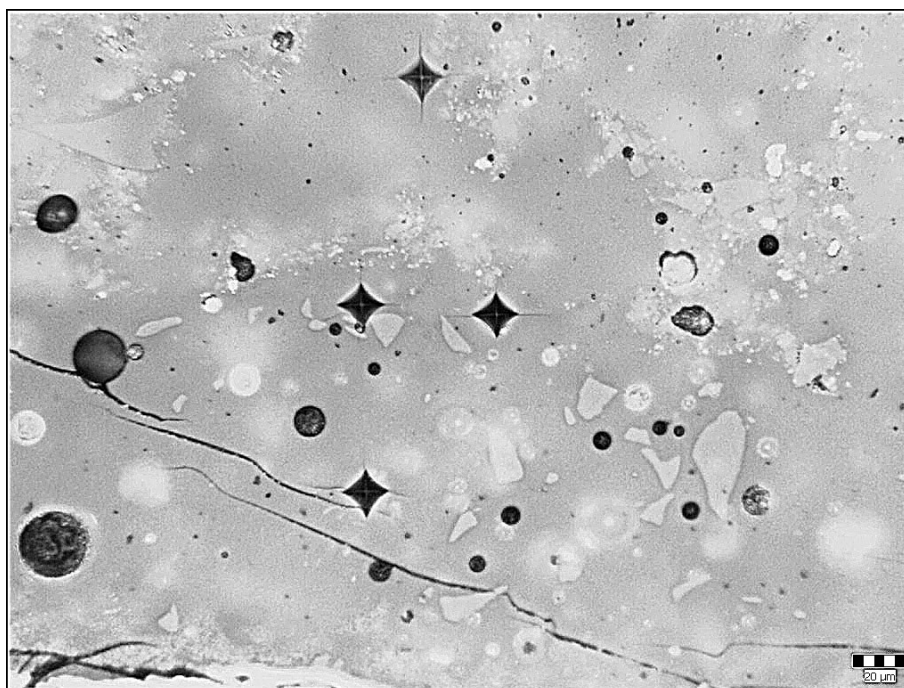
11.7.1 Naměřené hodnoty mikrotvrdosti a lomové houževnatosti smaltových povlaků před aplikací do krve

A) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ jemný jíl FERRO 3%

Tab. 17 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost vzorku A (před krví)

Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	14,31	13,96	14,34	14,25	14,70	
r [µm]	7,155	6,980	7,170	7,125	7,350	
c [µm]	7,75	10,50	8,00	9,25	10,00	
HV _{0,1} [MPa]	9060	9510	9020	9130	8580	9060
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	1,056	0,911	1,039	0,967	0,924	0,979

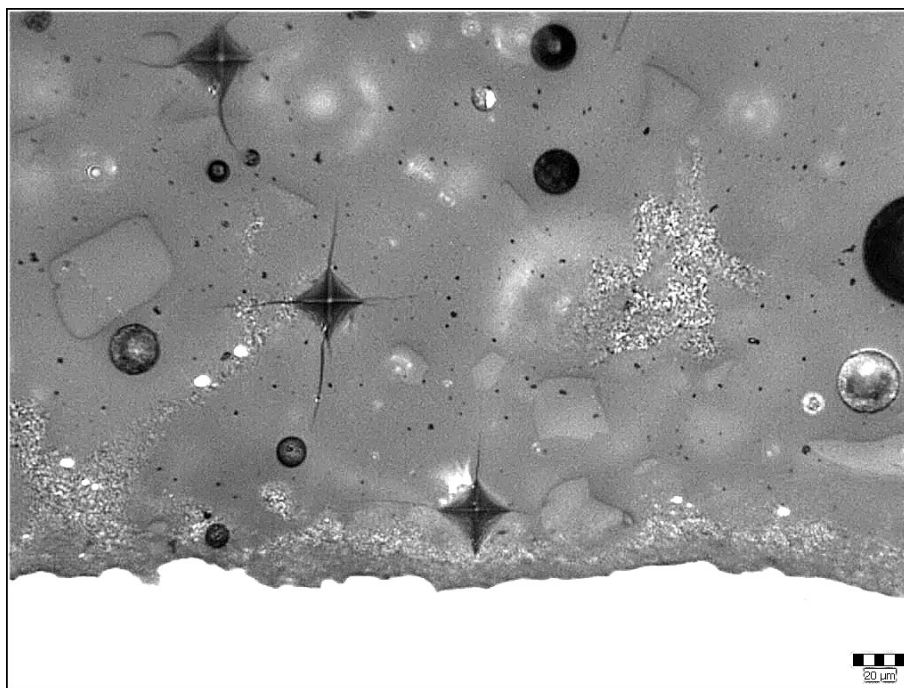


Obr. 21 – Detail vpichů na vzorku A - zvětšeno 200x (před krví)

- B) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ jemný jíl FERRO 6%

Tab. 18 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost vzorku B (před krví)

Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	22,72	23,71	22,66	22,73	23,12	
r [µm]	11,360	11,855	11,330	11,365	11,560	
c [µm]	25,00	16,00	18,50	16,67	17,00	
HV _{0,1} [MPa]	3590	3300	3610	3590	3470	3512
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,536	0,664	0,623	0,656	0,648	0,625



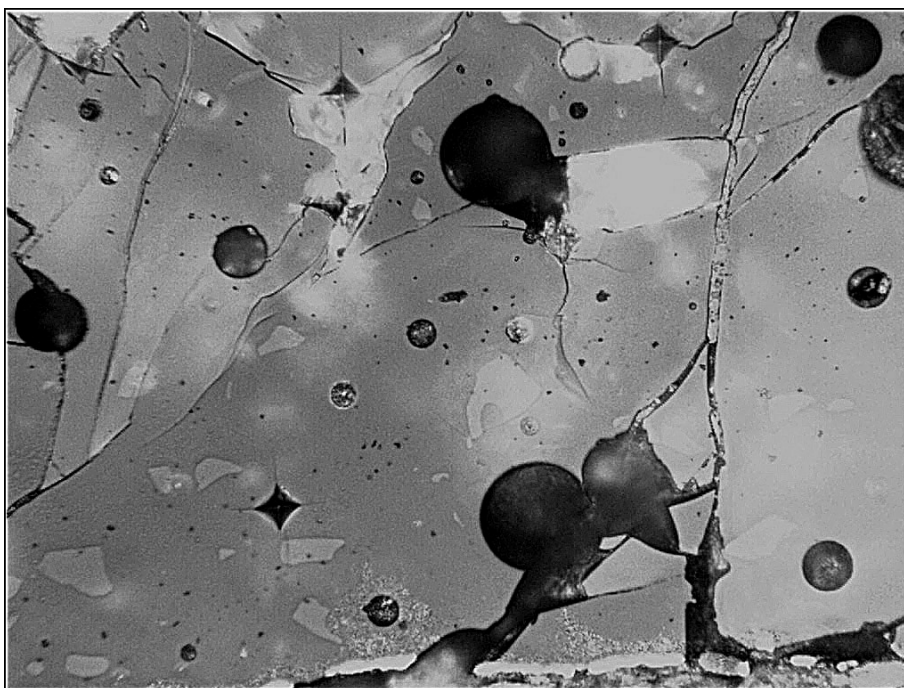
Obr. 22 – Detail vpichů na vzorku B - zvětšeno 200x (před krví)

C) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ klasický jíl FERRO 6%

Tab. 19 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost vzorku C (před krví)

Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	15,39	14,46	15,76	16,62	16,06	
r [µm]	7,695	7,230	7,880	8,310	8,030	
c [µm]	15,75	14,33	16,00	13,25	14,00	
HV _{0,1} [MPa]	7830	8870	7470	6710	7190	7614
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,730	0,775	0,721	0,783	0,768	0,775

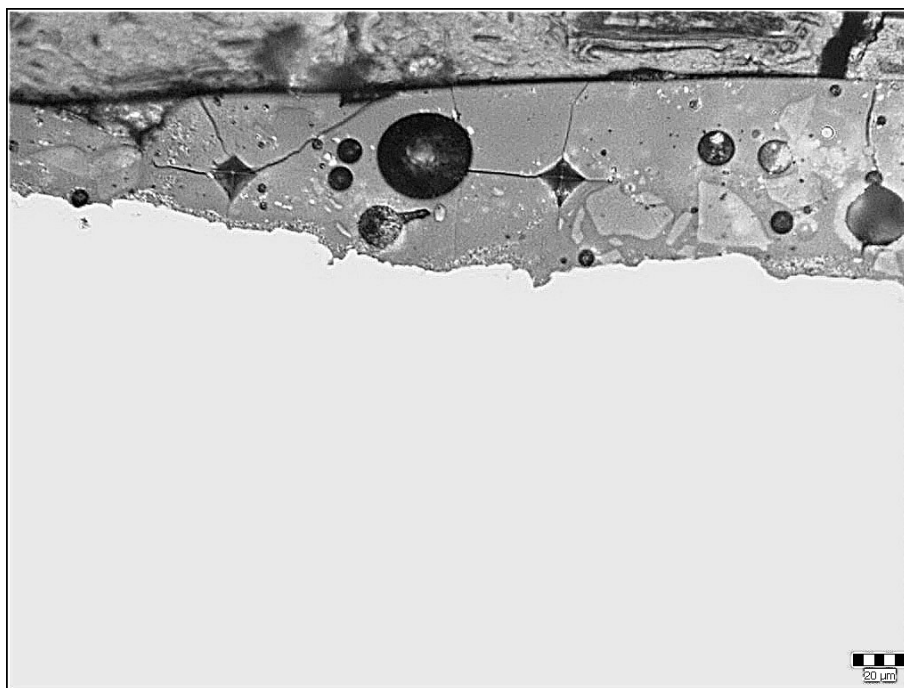


Obr. 23 – Detail vpichů na vzorku C - zvětšeno 200x (před krví)

D) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ klasický jíl FERRO 8%

Tab. 20 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost vzorku D (před krví)

Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	18,02	16,48	17,23	21,48	16,08	
r [µm]	9,010	8,240	8,615	10,74	8,040	
c [µm]	16,50	19,33	25,75	12,50	19,25	
HV _{0,1} [MPa]	5710	6830	6250	4020	7170	5996
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,691	0,650	0,558	0,767	0,654	0,664



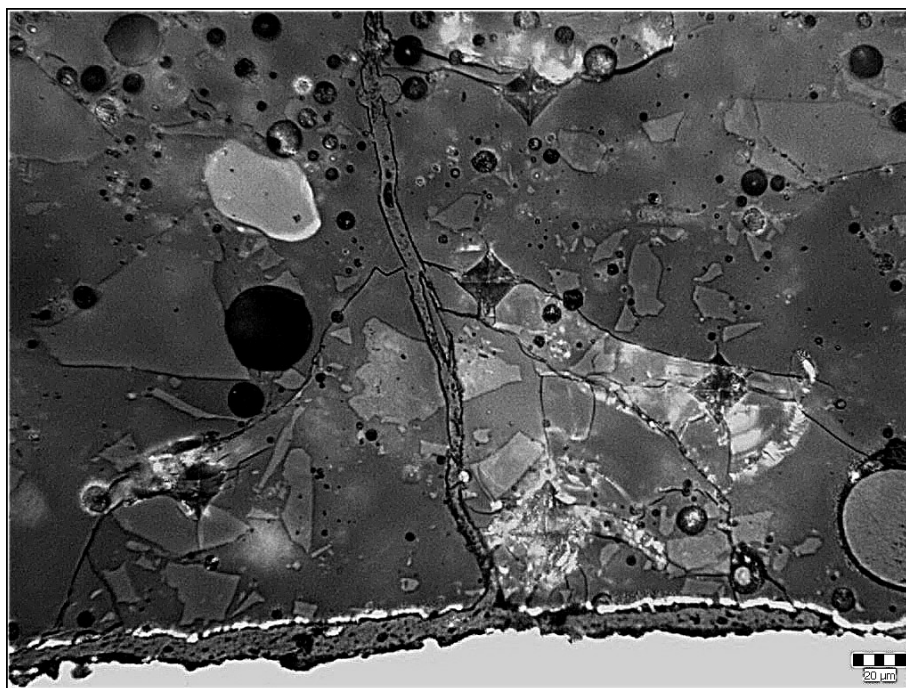
Obr. 24 – Detail vpichů na vzorku D - zvětšeno 200x (před krví)

E) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ kaolín T4 6%

Tab. 21 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost vzorku E (před krví)

Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	21,64	21,45	22,63	22,12	21,89	
r [µm]	10,820	10,725	11,315	11,06	10,945	
c [µm]	14,00	18,50	17,75	11,50	16,50	
HV _{0,1} [MPa]	3960	4030	3620	3790	3870	3854
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,723	0,630	0,636	0,794	0,665	0,690

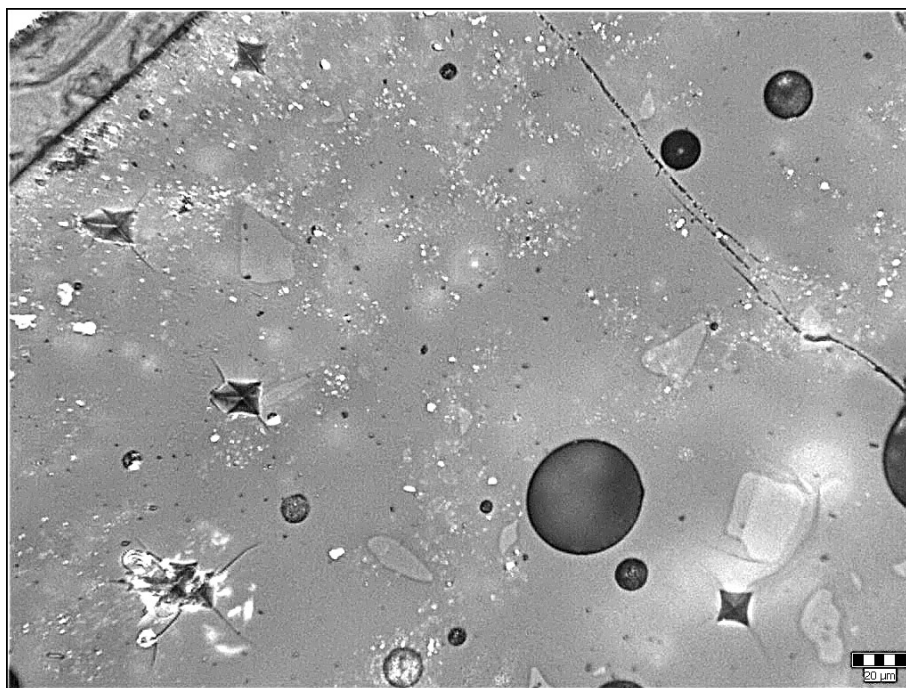


Obr. 25 – Detail vpichů na vzorku E - zvětšeno 200x (před krví)

F) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ kaolín T4 8%

Tab. 22 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost vzorku F (před krví)

Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	13,72	14,74	16,33	17,58	15,89	
r [µm]	6,860	7,370	8,165	8,790	7,945	
c [µm]	0	11,50	9,50	11,50	10,25	
HV _{0,1} [MPa]	9850	8540	6950	6000	7340	7736
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	-	0,862	0,928	0,832	0,899	0,880



Obr. 26 – Detail vpichů na vzorku F - zvětšeno 200x (před krví)

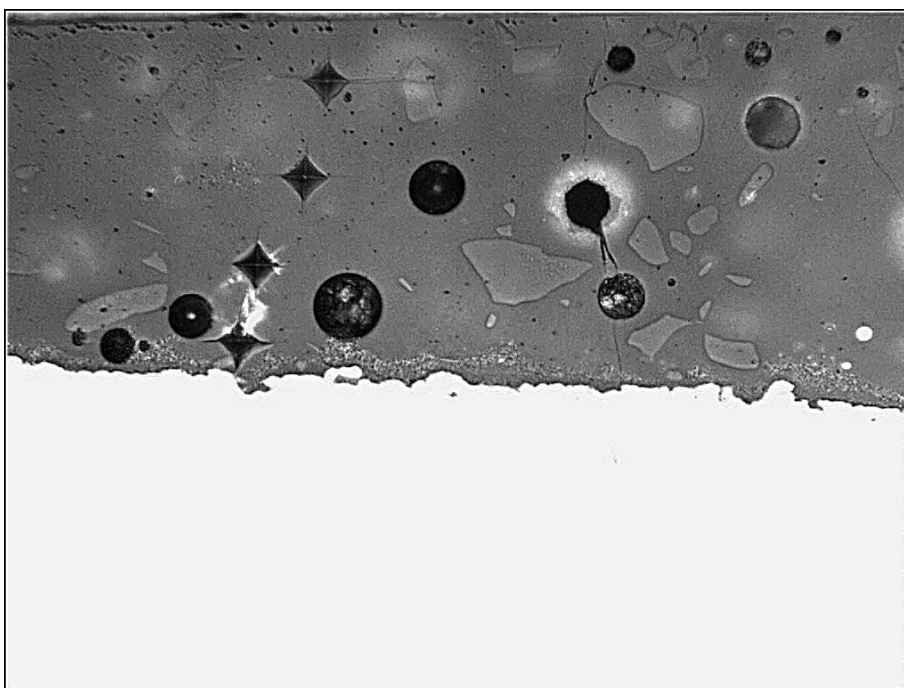
11.7.2 Naměřené hodnoty mikrotvrdosti a lomové houževnatosti smaltových povlaků po aplikaci do krve

A) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ jemný jíl FERRO 3 %

Tab. 23 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost vzorku A (po krvi)

Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	16,24	16,44	14,88	14,14	15,77	
r [µm]	8,120	8,220	7,440	7,070	7,885	
c [µm]	6,25	11,33	7,50	6,00	4,00	
HV _{0,1} [MPa]	7030	6860	8370	9280	7460	7800
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	1,146	0,849	1,065	1,203	1,442	1,141



Obr. 27 – Detail vpichů na vzorku A - zvětšeno 200x (po krvi)

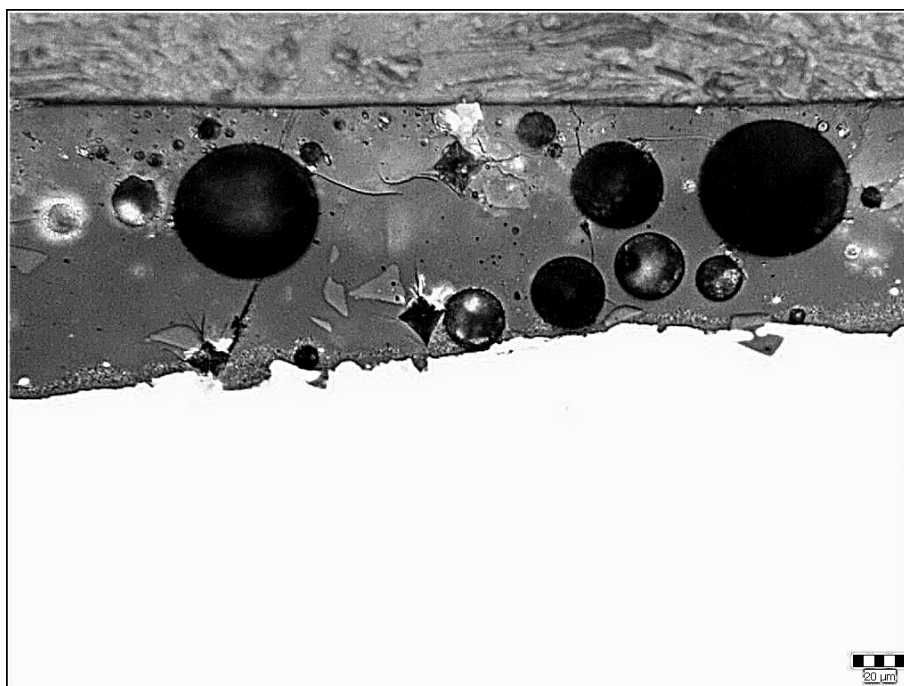
B) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ jemný jíl FERRO 6%

Tab. 24 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost základního smaltu vzorku B (po krvi)

Typ smaltu	Základní					
Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	14,39	14,84	15,64	15,18	15,25	
r [µm]	7,195	7,420	7,820	7,590	7,625	
c [µm]	9,50	9,75	10,50	9,75	10,33	
HV _{0,1} [MPa]	8960	8420	7580	8050	7970	8196
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,953	0,935	0,891	0,930	0,903	0,922

Tab. 25 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost krycího smaltu vzorku B (po krvi)

Typ smaltu	Krycí					
Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	18,10	18,02	17,77	18,31	18,07	
r [µm]	9,050	9,010	8,885	9,155	9,035	
c [µm]	15,00	15,75	16,33	14,75	15,33	
HV _{0,1} [MPa]	5660	5710	5870	5530	5680	5690
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,724	0,707	0,696	0,728	0,717	0,714



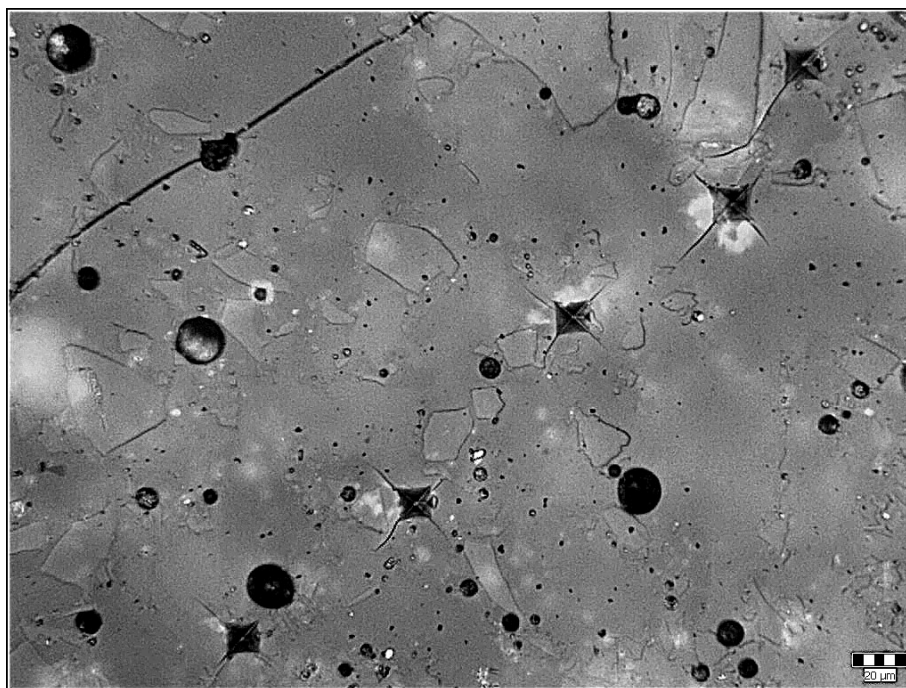
Obr. 28 – Detail vpichů na vzorku B - zvětšeno 200x (po krvi)

C) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ klasický jíl FERRO 6%

Tab. 26 – Mikrotvrdotost a lomová houževnatost vzorku C (po krvi)

Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	18,83	15,97	17,38	15,73	13,72	
r [µm]	9,415	7,985	8,690	7,865	6,860	
c [µm]	12,00	11,25	15,50	12,25	9,67	
HV _{0,1} [MPa]	5230	7270	6140	7490	9850	7196
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,803	0,857	0,718	0,824	0,953	0,831



Obr. 29 – Detail vpichů na vzorku C - zvětšeno 200x (po krvi)

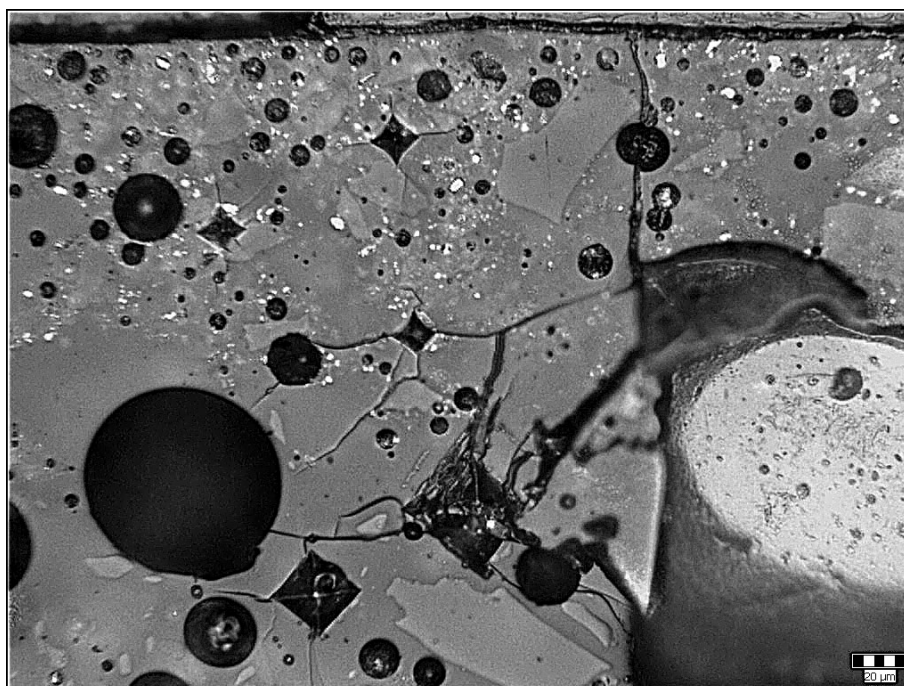
D) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ klasický jíl FERRO 8%

Tab. 27 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost základního smaltu vzorku D (po krvi)

Typ smaltu	Základní					
Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [μm]	24,38	24,66	21,22	23,32	26,55	
r [μm]	12,190	12,330	10,610	11,660	13,275	
c [μm]	17,50	16,33	18,00	17,75	19,50	
HV _{0,1} [MPa]	3120	3050	4120	3410	2630	3266
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,632	0,652	0,640	0,633	0,588	0,629

Tab. 28 – Mikrotvrdost a lomová houževnatost krycího smaltu vzorku D (po krvi)

Typ smaltu	Krycí					
Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [μm]	14,47	15,80	14,38	13,20	17,76	
r [μm]	7,235	7,900	7,190	6,600	8,880	
c [μm]	8,67	10,50	12,75	16,75	11,25	
HV _{0,1} [MPa]	8860	7430	8970	10640	5880	8356
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,996	0,889	0,823	0,730	0,839	0,855



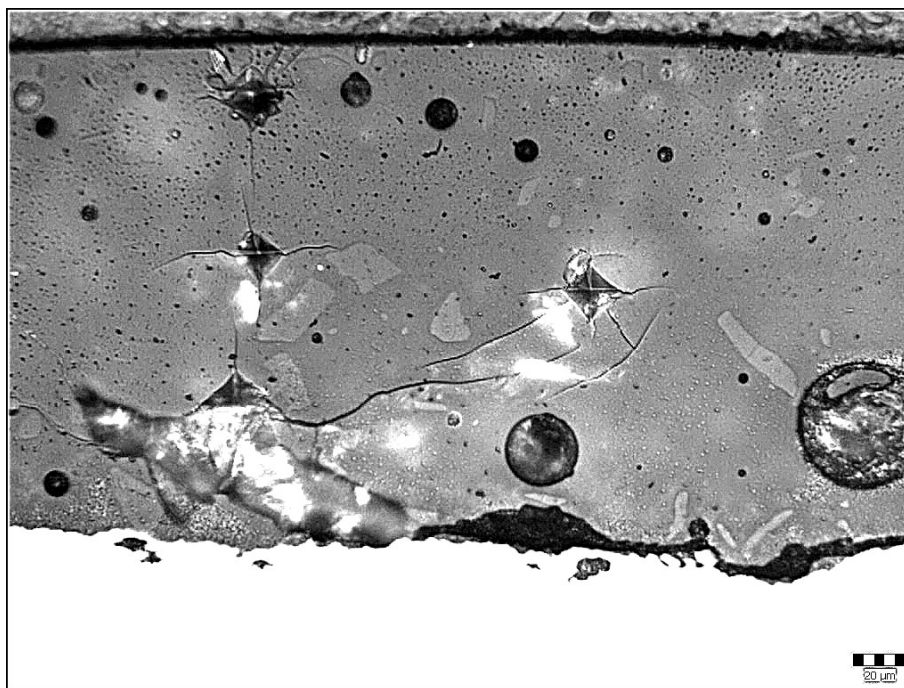
Obr. 30 – Detail vpichů na vzorku D - zvětšeno 200x (po krvi)

E) Základní smalt FERRO šedý – 7.3.2012

+ kaolín T4 6 %

Tab. 29 – Mikrotvrdotost a lomová houževnatost vzorku E (po krvi)

Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	16,32	17,70	17,05	17,83	16,74	
r [µm]	8,160	8,850	8,525	8,915	8,370	
c [µm]	18,50	12,67	14,75	13,00	12,50	
HV _{0,1} [MPa]	6960	5920	6380	5830	6620	6342
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,666	0,791	0,739	0,780	0,806	0,756

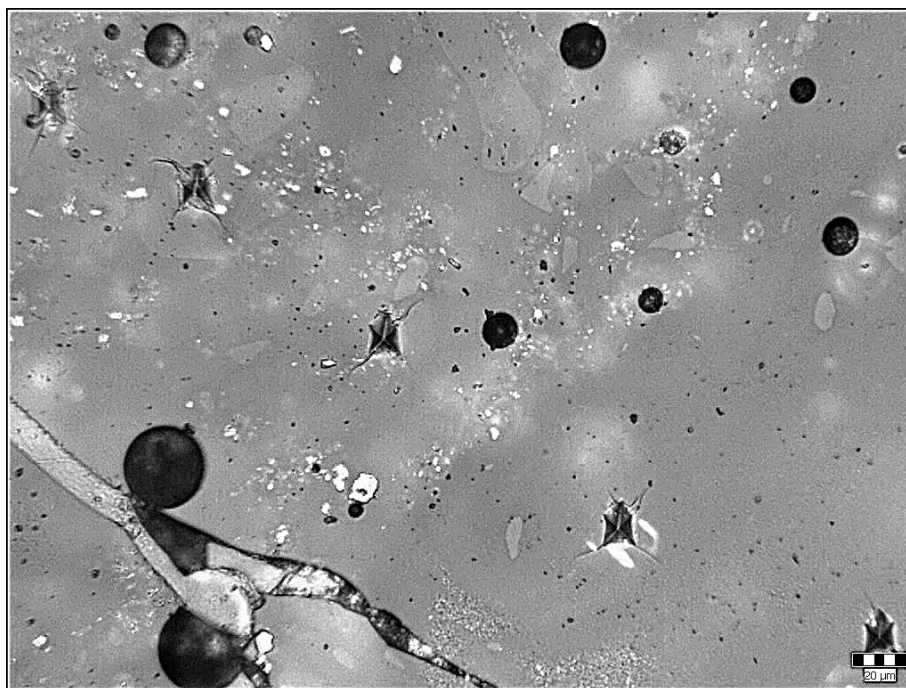


Obr. 31 – Detail vpichů na vzorku E - zvětšeno 200x (po krvi)

- F) Základní smalt FERRO šedý; krycí smalt PP 40821S zelený – 7.3.2012
+ kaolín T4 8 %

Tab. 30 – Mikrotvrdotost a lomová houževnatost vzorku F (po krvi)

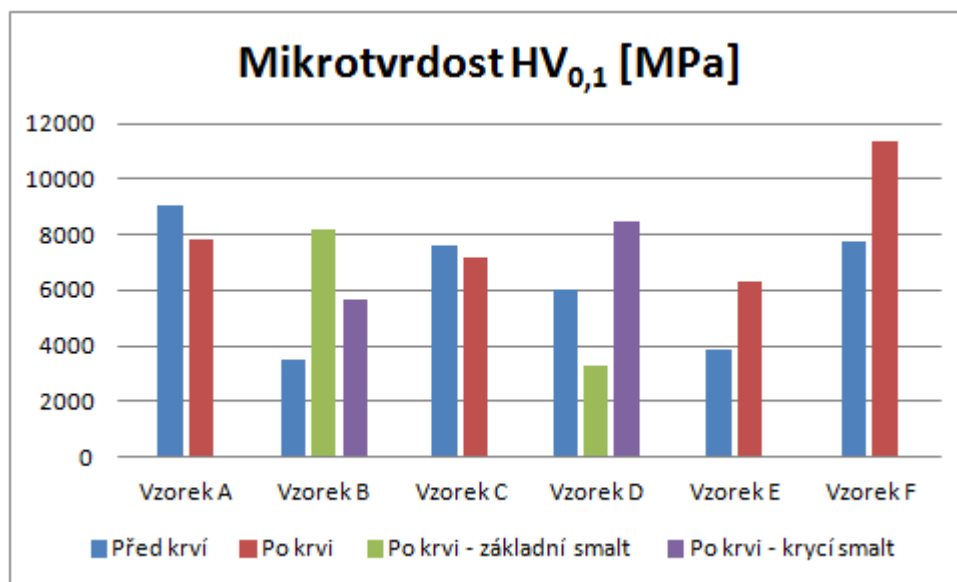
Číslo měření	1	2	3	4	5	Ø
d [µm]	13,67	11,84	12,80	13,36	12,38	
r [µm]	6,835	5,920	6,400	6,680	6,190	
c [µm]	13,00	15,00	11,00	8,50	8,33	
HV _{0,1} [MPa]	9930	13230	11320	10390	12090	11392
K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]	0,823	0,788	0,906	1,022	1,048	0,917



Obr. 32 – Detail vpichů na vzorku F - zvětšeno 200x (po krvi)

11.7.3 Porovnání výsledků měření mikrotvrdomosti a lomové houževnatosti smaltových povlaků

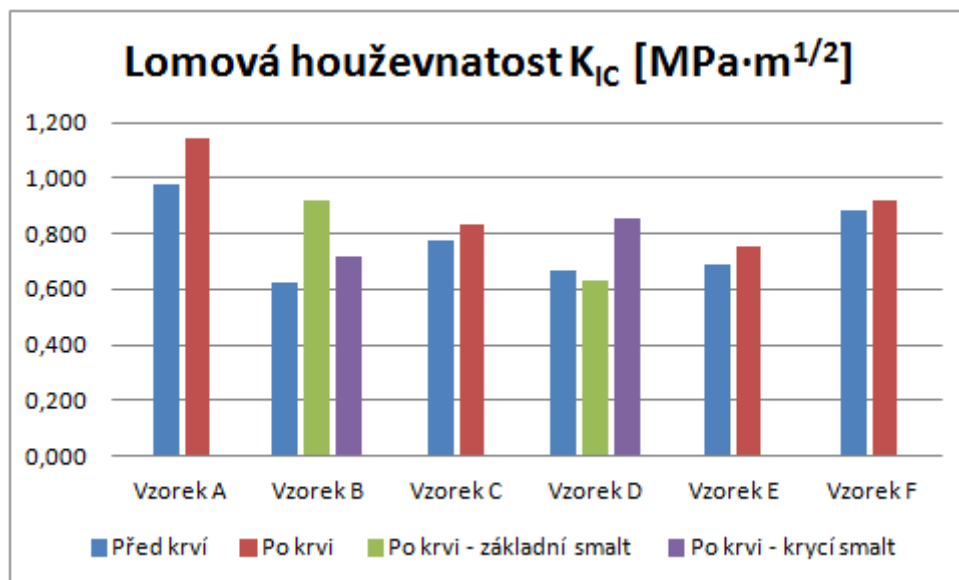
Graf 4 – Mikrotvrdomost smaltů



V grafu 4 jsou zaneseny průměrné hodnoty mikrotvrdomosti jednotlivých smaltů naměřených před a po expozici v prasečí krvi. U vzorků B (před krví), D (před krví) a F (oba případy), kde bylo použito dvouvrstvého smaltového povlaku, nebylo z důvodu spečení možné jasně stanovit hranici mezi smaltem základním a krycím. Proto je v těchto případech uvedena pouze průměrná hodnota mikrotvrdomosti obou povlaků jako celek.

U zkušebních vzorků A a C se vliv prasečí krve projevil v lehkém poklesu hodnot Vickersovy mikrotvrdomosti. Vzorek B pak vykazuje poměrně silný vzrůst mikrotvrdomosti, přičemž základní smalt byl po ponechání v krvi tvrdší než krycí. To, jak prasečí krev změnila hodnoty mikrotvrdomosti na vzorku D, není z výsledků průkazné, protože hodnota mikrotvrdomosti před aplikací do krve leží mezi hodnotami základního a krycího smaltu po vytažení z krve. Jednoznačně tak lze konstatovat jen, že krycí smalt použitý u vzorku D byl po krvi více než dvakrát tvrdší než smalt základní. U vzorků E a F byla naměřena značně vyšší mikrotvrdomost po působení prasečí krve.

Graf 5 – Lomová houževnatost smaltů



Graf 5 zobrazuje vliv biologického prostředí na změnu hodnot lomové houževnatosti sklovitých povlaků. Jelikož tato vlastnost přímo souvisí s výše zmíněnou mikrotvrdostí, tak je u vzorků B (před krví), D (před krví), F (před i po krví) ze stejného důvodu opět uvedena velikost lomové houževnatosti jen jako celku.

Po vytažení zkušebních vzorků z prasečí krve byl obecně zaznamenán vzrůst hodnot lomové houževnatosti. K výraznější změně došlo u vzorku A, mírněji pak stoupla lomová houževnatost také u vzorků C, E a F. Stejného trendu lze pozorovat taktéž na vzorku B, kde byl po expozici v krvi smalt základní houževnatější než smalt krycí. Vzorek D vykazoval největší rozdíl především mezi houževnatějším krycím smaltem a méně houževnatým základním smaltem.

12. ZÁVĚR

Bakalářská práce se zabývá studiem sklovitých smaltových povlaků v kontaktu s biologickým prostředím. V teoretické části je kladen důraz na popis vlastností, výrobní proces a možnost použití smaltů. Experimentální část je zaměřena na studium mechanických vlastností sklovitých povlaků ovlivněných biologickým prostředím.

Zkušební vzorky byly vyrobeny z čistého titanu, jejichž povrch byl kartáčován, broušen a bezprostředně před smaltováním také odmaštěn. Na každém ze vzorků byl za mokra nanesen a následně vypálen odlišný typ smaltéřské břčky. Vypalování probíhalo za teplot 850 °C (základní) a 830 °C (krycí) v intervalu 8 nebo 12 minut. Jako experimentální biologické prostředí pro posouzení jeho vlivu na vlastnosti smaltů posloužila prasečí krev.

Sklovité smaltové povlaky byly podrobeny měření tloušťky, měření drsnosti povrchu, dále měření Vickersovy mikrotvrdosti a stanovení lomové houževnatosti. Všechna měření (s výjimkou měření tloušťky povlaku) proběhla nejprve před působením prasečí krve, poté i po expozici v krvi. Následně byly dosažené výsledky porovnány grafickou formou se slovním zhodnocením.

U vzorků s aplikací jednovrstvého základního povlaku se tloušťka smaltu pohybovala průměrně v rozmezí od 143 µm do 248 µm. Vzorky s aplikací smaltu ve dvou vrstvách, tedy základního a krycího, dosahovaly v průměru tloušťek 469 µm až 582 µm.

Co se týče hodnot drsnosti povrchu smaltů Rz, pak po vystavení vlivu prasečí krve došlo k největším změnám u smaltu A (základ FERRO + 3% jemného jílu) a smaltu B (základ FERRO, krycí PP 40821S + 6% jemného jílu), kdy drsnost Rz výrazně klesla. Mírnějšího poklesu hodnoty drsnosti Rz bylo pozorováno také u smaltu F (základ FERRO, krycí PP 40821S + 8% kaolínu T4). Naopak ke zdrsnění povrchu došlo nejvíce u smaltu C (základ FERRO + 6% klasického jílu), méně pak i u smaltu D (základ FERRO, krycí PP 40821S + 8% klasického jílu) a E (základ FERRO + 6% kaolínu T4). Zvýšení hodnot drsnosti povrchu Rz může mít příznivý vliv na kultivaci buněčných kultur a jejich uchycení na povrchu materiálu.

V případě mikrotvrlosti $HV_{0,1}$ byl smalt A (základ FERRO + 3% jemného jílu) a C (základ FERRO + 6% klasického jílu) tvrdší před působením prasečí krve. Opačný účinek měla krev na smalty B (základ FERRO, krycí PP 40821S + 6% jemného jílu), E (základ FERRO + 6% kaolínu T4) a F (základ FERRO, krycí PP 40821S + 8% kaolínu T4), kde byla naměřena mikrotvrdst $HV_{0,1}$ značně vyšší.

Lomová houževnatost povlaků K_{IC} byla krví příznivě ovlivněna ve všech případech. Nejvýraznější rozdíl vykazoval smalt A (základ FERRO + 3% jemného jílu), B (základ FERRO, krycí PP 40821S + 6% jemného jílu) a D (základ FERRO, krycí PP 40821S + 8% klasického jílu). Lehčího nárůstu hodnot lomové houževnatosti K_{IC} bylo zaznamenáno taktéž u zbylých vzorků C (základ FERRO + 6% klasického jílu), E (základ FERRO + 6% kaolínu T4) a F (základ FERRO, krycí PP 40821S + 8% kaolínu T4). Se zvyšující se hodnotou lomové houževnatosti K_{IC} nabývá smalt na pružnosti a je tedy méně náchylný ke vzniku trhlin.

Provedené zkoušky dokazují, že biologické prostředí mění mechanické vlastnosti sklovitých smaltových povlaků.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] BOUŠE, Václav; KRAJINA, Antonín; MORAVČÍK, Alfonz. *Smaltý a jejich použití v protikorozi ochraně*. Praha: SNTL – Nakladatelství technické literatury, 1986. 216 s.
- [2] MOHYLA, Miroslav. *Technologie povrchových úprav kovů*. 3. vyd. Ostrava: VŠB-TUO, 2006. 156 s. ISBN 80-248-1217-7.
- [3] PODJUKLOVÁ, Jitka et al. *Nové obzory v poznání vlastností sklokeramických smaltových povlaků*. Ostrava: VŠB-TUO, 2010. 135 s. ISBN 978-80-248-2339-3.
- [4] WIKIPEDIE: otevřená encyklopedie. *Jíl* [online]. 2006. [cit. 2012-01-13]. Dostupné z WWW: <<http://cs.wikipedia.org/wiki/J%C3%ADl>>
- [5] BÁRTEK, Vratislav; PODJUKLOVÁ, Jitka; LANÍK, Tomáš et al. Studium sklokeramických povlaků v kontaktu s biologickým prostředím. *Transfer inovací* [online]. 17/2010. [cit. 2012-04-16]. Dostupné z WWW: <<http://www.sjf.tuke.sk/transferinovacii/pages/archiv/transfer/17-2010/pdf/007-013.pdf>>
- [6] STRNAD, Zdeněk; URBAN, Zdeněk. Bioaktivní sklokeramika nahrazující kost: Neživé náhrady srůstající s živou tkání. *Vesmír* [online]. Březen 2000. 79/2000. [cit. 2012-04-18]. Dostupné z WWW: <<http://www.vesmir.cz/clanek/bioaktivni-sklokeramika-nahrazujici-kost>>
- [7] H ROBERTS. *Surfrest SJ-301* [online]. 2012. [cit. 2012-04-23]. Dostupné z WWW: <http://www.hroberts-di.com/product_details.asp?product=HR178-954-3E>



Poděkování

Na tomto místě bych rád poděkoval doc. Ing. Jitce Podjuklové, CSc. za cenné rady, ochotu a vstřícnost při vedení bakalářské práce. Dále mé poděkování patří Ing. Vratislavu Bártkovi za odbornou pomoc při řešení experimentálních prací.